



**KAJIAN ADSORPSI LINEAR ALKILBENZENA  
SULFONAT (LAS) MENGGUNAKAN MAGNETIT**

Skripsi

Disusun sebagai salah satu syarat

Untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

Program Studi Kimia

oleh

Selli Renata Sari

4311411046

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2015**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.

Semarang, 6 Juli 2015



Selli Renata Sari

4311411046

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Kajian Adsorpsi Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS) Menggunakan Magnetit

disusun oleh

Selli Renata Sari

4311411046

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES pada  
tanggal 6 juli 2015



Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji

Drs. Subiyanto HS, M.Si  
NIP. 195104211975011002

Anggota Penguji/  
Pembimbing I

Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si  
NIP. 199704112005012014

Anggota Penguji/  
Pembimbing II

Dr. Endang Susilaningsih, M.S  
NIP. 195903181994122001

## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

### Motto :

1. Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan (QS 94:5)
2. Allahumma yassir wala tu'assir, Rabbi tammim bilkhoir, Birokhmatika ya Arhamarrohimin. Ya Allah permudahkanlah urusanku jangan dipersulitkan. Ya Allah akhiri urusanku dengan baik dengan rahmatMu yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang.
3. Only Allah can make us from zero to hero, from nothing to something, from nobody to somebody, so keep praying Allah is always with us.

### Persembahan :

Skripsi ini untuk

Ayah dan Ibuku tercinta, Bapak Gunarto dan Ibu Sri Rejeki, terimakasih atas doa, kasih sayang, nasehat, tetesan keringat yang selalu mengiringi setiap langkah dan hembusan nafasku.

Kakakku dan Adikku tersayang, Indah Puspita Sari dan Ian Artha Wijaya, terimakasih selalu memberikan semangat, nasehat serta doa.

Seseorang yang berarti dalam hidupku, Insindra Krisnha Premiawan

Sahabat-sahabatku tercinta, terimakasih atas semangatnya, selalu memberikan nasehat, serta doa.

Kimia 2011, terimakasih atas kebersamaannya yang indah.

## **PRAKATA**

Alhamdulillah, segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT karena atas limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul “ Kajian Adsorpsi Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS) Menggunakan Magnetit ”.

Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terimakasih yang tulus kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Skripsi, Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

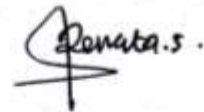
1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang,
2. Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang,
3. Ibu Triastuti Sulistyarningsih, S.Si, M.Si. dosen pembimbing I yang telah memberikan ilmu, petunjuk, memberikan bantuan baik material-spiritual, dan bimbingan dengan penuh kesabaran sehingga Skripsi ini dapat terselesaikan,
4. Ibu Dr. Endang Susilaningsih, M.S dosen pembimbing II yang telah memberikan ilmu, motivasi, bimbingan, pengarahan, dan bantuan baik material-spiritual sehingga Skripsi ini menjadi lebih baik.
5. Bapak Drs. Subiyanto HS, M.Si dosen penguji utama yang telah memberikan masukan, pengarahan, dan motivasi dalam penyusunan Skripsi ini,
6. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES yang memberikan bekal ilmu kepada penulis,
7. Segenap staff dan asisten laboratorium Kimia FMIPA UNNES yang telah membantu penulis selama penelitian,
8. Ayahku Bapak Gunarto dan Ibuku Sri Rejeki atas doa, kasih sayang, motivasi, dan finansial yang telah diberikan sehingga Skripsi ini berjalan lancar,
9. Kakakku Indah Puspita Sari dan Adikku Ian Artha Wijaya yang selalu memberikan semangat dan doa,
10. Insindra Krisnha Premiawan yang selalu memberikan doa, semangat, dan selalu membantu dalam penyelesaian Skripsi,
11. Metta, Tika, Manda Shinta, Fatun, Etik, Margaret, Lysa, Istria, dan Manda puji yang telah memotivasi dan membantu dalam penyelesaian Skripsi,

12. Teman-teman Kimia angkatan 2011 yang telah memberikan motivasi dan membantu dalam penyelesaian Skripsi,

13. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyusunan Skripsi ini.

Penulis mengharapkan semoga Skripsi ini dapat bermanfaat dan dapat memberikan kontribusi positif bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya ilmu kimia.

Semarang, 26 Juni 2015



Penulis

## ABSTRAK

Sari, Selli Renata. 2015. Kajian Adsorpsi Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS) menggunakan Magnetit. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Triastuti Sulistyaningsih, S.Si, M.Si dan Pembimbing Pendamping Dr Endang Susilaningsih, M.S.

Kata Kunci : Adsorpsi, Isoterm, Kinetika, LAS, Magnetit

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi, mengetahui keadaan optimum penyerapan LAS, mempelajari kinetika dan isoterm adsorpsi. Metode kopresipitasi dilakukan dengan mencampurkan larutan  $\text{FeCl}_2$  dan  $\text{FeCl}_3$  dan di titrasi menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Magnetit dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, BET, dan uji kemagnetan. Proses adsorpsi dilakukan dengan variasi pH, waktu kontak dan konsentrasi. Analisis LAS menggunakan metode MBAS. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan, pada bilangan gelombang  $586,36 \text{ cm}^{-1}$  dan  $401,19 \text{ cm}^{-1}$  terdapat pita serapan utama FeO magnetit. Difraktogram XRD menunjukkan semua sisi puncak magnetit hasil sintesis konsisten dengan data standar untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (file JCPDS No. 85-1436) dengan ukuran inti rata-rata partikel sebesar 19,34 nm, memiliki luas permukaan  $56,97 \text{ m}^2/\text{g}$ , volume pori total  $0,3076 \text{ cm}^3/\text{g}$ , dan rerata jari-jari pori 10,79 nm. Magnetit hasil sintesis dapat ditarik magnet permanen. Berdasarkan penelitian diperoleh keadaan optimum pada pH 6,07, waktu kontak 60 menit dan konsentrasi  $2,44 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ . Kinetika adsorpsi mengikuti kinetika pseudo orde dua Ho dan isoterm adsorpsi mengikuti Langmuir.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
MOTTO DAN PERSEMBAHAN.....	iv
PRAKATA.....	v
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB	
1.PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
2.TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Surfaktan.....	5
2.2 Adsorpsi.....	11
2.3 Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich.....	12
2.3.1 Isoterm Langmuir.....	12
2.3.2 Isoterm Freundlich.....	13
2.4 Kinetika Adsorpsi.....	13
2.4.1 Kinetika Langmuir-Hinshelwood.....	13
2.4.2 Kinetika Orde Satu Semu.....	14
2.4.3 Kinetika Orde Dua Semu.....	15
2.5 Magnetit.....	15
2.6 Kopresipitasi.....	17



2.7 Spektrofotometer UV-VIS.....	18
2.8 Spektrofotometer Infra Merah ( <i>Infrared spectroscopy</i> , IR).....	20
2.9 Difraksi Sinar-X.....	22
2.10 <i>Brunauer-Emmet-Teller</i> (BET).....	24
2.11 Metode Bahan Aktif Metilen Blue (MBAS).....	25
3. METODE PENELITIAN.....	26
3.1 Lokasi Penelitian.....	26
3.2 Populasi dan Sampel.....	26
3.3 Variabel Penelitian.....	26
3.3.1 Variabel Bebas.....	26
3.3.2 Variabel Terikat.....	27
3.3.3 Variabel Terkendali.....	27
3.4 Alat dan Bahan	
3.4.1 Alat.....	27
3.4.2 Bahan.....	27
3.5 Cara Kerja.....	28
3.5.1 Sintesis Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) dan Karakteristiknya.....	28
3.5.2 Adsorpsi LAS dengan Magnetit Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	28
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	32
4.1.1 Karakterisasi Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) Hasil Sintesis melalui Uji Kemagnetan.....	35
4.1.2 Karakterisasi Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) Hasil Sintesis dengan FTIR.....	36
4.1.3 Karakterisasi Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) Hasil Sintesis dengan XRD.....	37
4.1.4 Karakterisasi Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) Hasil Sintesis dengan BET.....	38
4.2 Adsorpsi LAS dengan Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	39
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	39
4.2.2 Optimasi pH, Waktu Kontak dan Konsentrasi Optimum.....	40
4.2.3 Kinetika Adsorpsi LAS menggunakan Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	49
4.2.4 Isoterm Adsorpsi LAS menggunakan Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ).....	51
4.3 Interaksi antara Magnetit dengan LAS.....	53
5. KESIMPULAN.....	58

DAFTAR PUSTAKA.....	60
LAMPIRAN.....	63

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Hasil Perhitungan Kinetika Adsorpsi LAS menggunakan Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).....	50
4.2 Hasil Perhitungan Kapasitas Adsorpsi LAS menggunakan Magnetit.....	52

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Lambang Umum Surfaktan.....	5
2.2 Surfaktan Anionik.....	5
2.3 Surfaktan Kationik ( <i>benzalkonium klorida</i> ).....	6
2.4 Reaksi Pembuatan Detergen.....	6
2.5 Struktur Alkil Benzen Sulfonat.....	8
2.6 Linier Alkilbenzena Sulfonat.....	8
2.7 Struktur Kristal Magnetit.....	16
2.8 Diagram Pourbaix Stabilitas Termodinamika dari Berbagai Fase Oksida dan Hidroksida Besi dengan Variasi Nilai pH .....	17
2.9 Skema Kerja Spektrofotometer UV-VIS.....	19
2.10 Skema Kerja Spektrofotometer Infra Merah.....	22
2.11 Skema Kerja XRD.....	23
2.12 Difraksi Sinar-X.....	24
4.1 Serbuk Magnetit Hasil Sintesis dengan Metode Kopresipitasi.....	34
4.2 Uji Kemagnetan Padatan Hasil Sintesis dengan Magnet Permanen.....	35
4.3 Spektra IR Magnetit.....	36
4.4 Difraktogram Magnetit .....	37
4.5. Kurva BET Isoterm Linear.....	39
4.6 Kurva Absorbansi LAS.....	40
4.7 Kurva Kalibrasi Standar LAS.....	40
4.8 Kurva Hubungan antara pH dengan Jumlah LAS Teradsorpsi (mg/g).....	42
4.9 Kurva Kalibrasi Standar LAS.....	44
4.10 Kurva Hubungan antara Waktu Kontak (menit) dengan Jumlah LAS Teradsorpsi (mg/g).....	45
4.11 Kurva Kalibrasi Larutan Standar LAS.....	47
4.12 Kurva Hubungan antara Konsentrasi LAS (mol/L) dengan	

Jumlah LAS Teradsorpsi (mol/g).....	48
4.13 Kurva Kinetika Ho .....	50
4.14 Kurva Kinetika Langmuir Hinshelwood.....	50
4.15 Kurva Kinetika Lagergren.....	51
4.16 Kurva Isoterm Langmuir.....	52
4.17 Kurva Isoterm Freundlich.....	52
4.18 Reaksi antara Magnetit dengan Ion $\text{SO}_3^{2-}$ dalam Keadaan Asam.....	56
4.19 Reaksi antara Magnetit dengan Ion $\text{SO}_3^{2-}$ dalam Keadaan Basa.....	56

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Pembuatan Larutan.....	63
2. Skema Kerja.....	66
3. Sintesis Magnetit.....	71
4. Hasil Analisis IR.....	72
5. Data JCPDS Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	73
6. Hasil Analisis XRD.....	74
7. Perhitungan Ukuran Kristal Berdasarkan XRD dengan Metode Debye-Scherrer.....	77
8. Hasil Analisis BET.....	79
9. Optimasi pH.....	85
10. Optimasi Waktu.....	88
11. Optimasi Konsentrasi.....	94
12. Foto Penelitian.....	100

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Air merupakan komoditi yang sangat vital bagi kehidupan manusia. Air digunakan untuk minum, keperluan rumah tangga seperti mencuci, memasak, mandi, pertanian, perikanan dan industri. Air yang dipakai untuk memenuhi keperluan sehari-hari adalah air yang bersih dan sehat, yaitu air yang tidak mengandung bakteri bibit penyakit, tidak mengandung bahan-bahan kimia yang beracun dan mengganggu kesehatan manusia, hewan dan tumbuh-tumbuhan, serta tidak mengandung partikel-partikel debu dan kotoran. Air yang dipakai untuk memenuhi kebutuhan sehari-hari bersumber dari mata air, sungai, sumur, danau, dan air hujan. Akan tetapi pada saat ini untuk mendapatkan air bersih dan sehat sangatlah sulit, bertambahnya populasi manusia dan banyaknya pabrik-pabrik membuat pencemaran air semakin tinggi, karena limbahnya dibuang begitu saja ke sungai tanpa diolah terlebih dahulu. Tidak hanya limbah dari pabrik, limbah rumah tangga juga ikut berperan aktif dalam pencemaran sungai salah satunya limbah detergen yang digunakan ibu rumah tangga untuk mencuci pakaian sehari-hari (Santosa, 2009).

Ironisnya masyarakat yang bertempat tinggal di dekat bantaran sungai, memanfaatkan air sungai itu untuk kebutuhan sehari-hari, seperti mencuci piring, mencuci sayuran, memasak, dan untuk mandi. Kegiatan tersebut dilakukan tanpa

mereka sadari air yang mereka gunakan telah tercemar. Masyarakat tidak tahu dampak yang akan ditimbulkan dari limbah detergen. Detergen yang menggunakan bahan non fosfat akan menaikkan pH sampai dengan 11. Bahan antiseptik yang ditambahkan kedalam detergen akan mengganggu kehidupan mikroorganisme didalam air bahkan dapat mematikan, ada sebagian bahan detergen yang tidak dapat dipecah atau non biodegradable oleh mikroorganisme yang ada di dalam air, sehingga merugikan lingkungan (Wardhana, 1995). Salah satu komponen detergen non fosfat yaitu *Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS)*. LAS adalah surfaktan anionik yang digunakan sebagai bahan pembersih. Untuk mengurangi dampak yang ditimbulkan oleh LAS maka dilakukan dengan metode adsorpsi sesuai dengan penelitian Khulood (2009) bahwa dengan metode adsorpsi dapat mengurangi konsentrasi LAS dalam air.

Metode adsorpsi merupakan salah satu metode alternatif yang dapat diandalkan karena prosesnya relatif sederhana, dapat bekerja pada konsentrasi rendah, dapat didaur ulang, dan biaya operasional relatif murah (Wang *et al.*, 2008). Salah satu material yang memiliki potensi besar untuk dikembangkan sebagai adsorben adalah magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).

Pengembangan magnetit banyak menginspirasi para ilmuwan karena manfaatnya di berbagai bidang, salah satunya sebagai adsorben. Menurut Petrova (2011) magnetit telah digunakan sebagai adsorben kobalt, uranium, cesium, kromium, selenium, arsenit, dan arsenat. Pemanfaatannya sebagai adsorben akan sangat efektif karena atom-atom hidrogen di permukaan magnetit berpotensi mengikat ion-ion LAS, selain itu magnetit memiliki kemagnetan paling kuat di



antara oksida-oksida logam transisi, dan mempunyai luas permukaan yang sangat besar, sehingga mempunyai kemampuan adsorpsi yang sangat besar (Tejaet *al.*, 2009). Karakter inilah yang diunggulkan dalam aplikasi magnetit sebagai adsorben.

Sintesis magnetit telah dikembangkan dengan berbagai metode antara lain kopresipitasi *sol-gel*, hidrotermal, aerosol dan elektrokimia (Wang *et al.*, 2010). Kopresipitasi adalah proses zat yang dapat larut dan mengendap bersama dengan endapan yang diinginkan (Day dan Underwood, 1986). Metode kopresipitasi merupakan metode yang paling banyak dikembangkan karena dapat dilakukan pada temperatur kamar, peralatan sederhana, dan ekonomis untuk mendapatkan partikel magnetit (Wanget *al.*, 2010). Selain itu, metode ini memiliki dampak lingkungan yang rendah karena sintesis dilakukan dalam larutan air tanpa menggunakan pelarut organik di bawah kondisi reaksi ringan suhu yang relatif rendah (Iwasaki *et al.*, 2009). Berdasarkan masalah di atas, maka peneliti akan memfokuskan kajian pada ***“Kajian Adsorpsi Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS) menggunakan Magnetit ( $Fe_3O_4$ )”***.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan hal-hal yang diungkapkan di atas, maka dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. Apakah metode kopresipitasi dapat digunakan untuk sintesis magnetit?
2. Berapakah pH optimum, waktu kontak optimum dan konsentrasi optimum penyerapan LAS dengan adsorben magnetit?

3. Bagaimana model kinetika dan isoterm adsorpsi LAS menggunakan magnetit?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini antara lain untuk :

1. Mempelajari sintesis magnetit dengan metode kopresipitasi.
2. Mengetahui pH optimum, waktu kontak optimum dan konsentrasi optimum penyerapan LAS dengan adsorben magnetit.
3. Mempelajari kinetika dan isoterm adsorpsi LAS menggunakan magnetit.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah untuk mengurangi dampak *Linear Alkilbenzena Sulfonat* (LAS) terhadap lingkungan dengan mengadsorpsi menggunakan magnetit.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Surfaktan

Surfaktan adalah senyawa yang dapat menurunkan tegangan permukaan air. Surfaktan menurunkan tegangan permukaan air dengan mematahkan ikatan-ikatan hidrogen pada permukaan, dengan meletakkan kepala-kepala hidrofiliknya pada permukaan air dan ekor-ekor hidrofobiknya terentang menjauhi permukaan air. Lambang umum surfaktan disajikan pada Gambar 2.1.

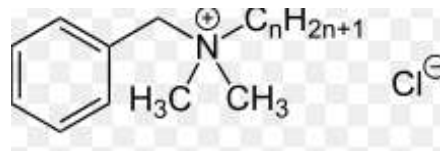


Gambar 2.1 Lambang Umum Surfaktan

Surfaktan dapat dikelompokkan sebagai anionik, kationik, atau netral, bergantung pada sifat dasar gugus hidrofiliknya. Sabun dengan gugus karboksilatnya, adalah surfaktan anionik, “benzalkonium” klorida (N-benzil amonium kuarterner klorida) yang bersifat antibakteri adalah surfaktan kationik. Surfaktan netral mengandung suatu gugus non-ion seperti suatu karbohidrat yang dapat berikatan-hidrogen dengan air. Contoh surfaktan anionik disajikan pada Gambar 2.2; sedangkan surfaktan kationik pada Gambar 2.3.

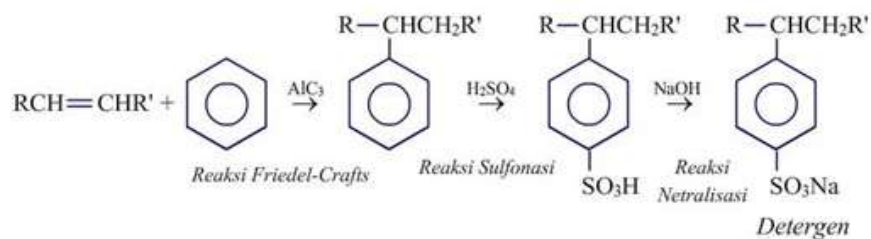


Gambar 2.2 Surfaktan Anionik



Gambar 2.3 Surfaktan Kationik (*benzalkonium klorida*)

Detergen, adalah surfaktan anionik-garam dari sulfonat atau sulfat berantai panjang dari natrium ( $\text{RSO}_3^- \text{Na}^+$  dan  $\text{ROSO}_3^- \text{Na}^+$ ). Salah satu detergen yang pertama-tama digunakan adalah suatu p-alkil benzene sulfonat dengan gugus alkil yang sangat bercabang. Bagian alkil senyawa ini disintesis dengan polimerisasi propilena dan dilekatkan pada cincin benzena dengan reaksi alkilasi Friedel-Crafts. Sulfonasi, yang disusul dengan pengolahan dengan basa, menghasilkan detergen itu. Reaksi kimia yang terjadi disajikan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi Pembuatan Detergen

(Fessenden dan Fessenden, 1986).

Detergen bubuk yang dijual di pasaran, kira-kira mengandung 40% bahan yang aktif, sedang sisanya :zat pembersih, pengisi, zat warna dan bahan-bahan lain. Zat pembersih misalnya Natrium tripoly fosfat ( $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ), Tetra Natrium piro fosfat ( $\text{Na}_4\text{O}_7\text{P}_2$ ), Natrium-karboksi metil sellulosa (Na-CMC), menambah kekuatan pembentuk suspensi dari kotoran dan mencegah pengendapan kembali kotoran. Zat warna ditambahkan dalam jumlah kecil (0,01-0,05%) Natrium-silikat

mengurangi sifat korosif terhadap mesin cuci yang terbuat dari aluminium (Respati, 1980).

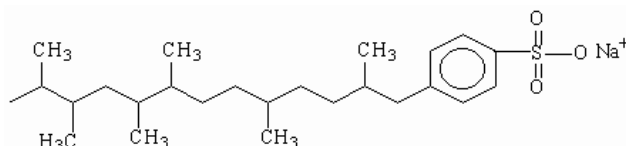
Detergen harus memenuhi beberapa persyaratan yaitu harus mempunyai rantai lipofilik yang panjang tetapi dengan ujung hidrofilik yang polar ataupun yang ionik. Namun ujung yang polar tidak boleh membentuk garam yang mengendap dengan ion-ion yang ada dalam air dan tidak mempengaruhi keasaman air (Siregar, 1989).

Deterjen sintetik mempunyai sifat-sifat mencuci yang baik dan tidak membentuk garam-garam tidak larut dengan ion-ion kalsium dan magnesium yang biasa terdapat dalam air sadah. Deterjen sintetik mempunyai keuntungan tambahan karena secara relatif bersifat asam kuat, oleh karena itu tidak menghasilkan endapan sebagai asam-asam yang mengendap suatu karakteristik yang tidak nampak pada sabun.

Unsur kunci dari deterjen adalah bahan surfaktan atau bahan aktif permukaan, yang bereaksi dalam menjadikan air menjadi lebih mudah membasahi (*wetter*) dan sebagai bahan pencuci yang lebih baik. Surfaktan terkonsentrasi pada batas permukaan antara air dengan gas (udara), padatan-padatan (debu), dan cairan-cairan yang tidak dapat bercampur (minyak). Hal ini terjadi karena struktur “Amphiphilic”, yang berarti bagian yang satu dari molekul adalah suatu yang bersifat polar atau gugus ionik (sebagai kepala) dengan affinitas yang kuat terhadap air dan bagian lainnya suatu hidrokarbon (sebagai ekor) yang tidak suka air.

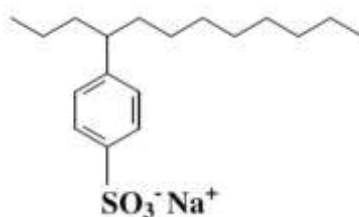
Senyawa surfaktan alkil sulfat digunakan untuk berbagai keperluan seperti sampo, kosmetik, pembersih dan laundry. Sampai tahun 1960-an surfaktan yang paling umum digunakan adalah alkil benzen sulfonat, ABS suatu produk sulfonasi dari suatu derivat alkil benzen.

Struktur ABS disajikan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Struktur Alkil Benzen Sulfonat

ABS sangat tidak menguntungkan karena ternyata sangat lambat terurai oleh bakteri pengurai disebabkan oleh adanya rantai bercabang pada strukturnya. Dengan tidak terurainya secara biologi deterjen ABS, lambat laun perairan yang terkontaminasi oleh ABS akan dipenuhi oleh busa, efek yang tidak menguntungkan lainnya dari surfaktan jenis ini terhadap proses pengolahan limbah adalah menurunkan tegangan permukaan dari air, pemecahan kembali dari gumpalan (flock) koloid, pengemulsian lemak minyak dan pemusnahan bakteri yang berguna. ABS kemudian digantikan oleh surfaktan yang dapat dibiodegradasi, yang dikenal dengan LAS. Struktur dari LAS ( $\alpha$ -benzen sulfonat) disajikan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Linier Alkilbenzena Sulfonat

Lingkar benzen dapat terlihat pada setiap atom dari rantai alkil kecuali pada atom terakhir/terluas. LAS mempunyai sifat yang lebih baik dari ABS karena rantai alkilnya tidak bercabang dan tidak mempunyai atom karbon tersier yang sangat mengganggu kemampuannya untuk terurai secara biologis. Sejak LAS menggantikan penggunaan ABS dalam deterjen, masalah-masalah yang timbul seperti penutupan permukaan air oleh gumpalan busa dapat dihilangkan dan toksisitasnya terhadap ikan diperairan telah banyak dikurangi (Achmad, 2004).

Bahan buangan berupa deterjen di dalam air lingkungan akan mengganggu karena alasan berikut ini:

- a. Deterjen yang menggunakan bahan non-fosfat akan menaikkan pH air antara 10,5 sampai 11
- b. Bahan antiseptik yang ditambahkan ke dalam deterjen juga mengganggu kehidupan mikroorganisme di dalam air, bahkan dapat mematikan.
- c. Ada sebagian deterjen yang tidak dapat dipecah oleh mikroorganisme (nonbiodegradable) yang ada di dalam air. Keadaan ini tentu akan merugikan lingkungan (Wardhana, 1995).

Cara mengolah LAS :

1. Fotokatalitis

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan (Hartoyo, 2013) mengenai proses penurunan *linear alkyl sulfonat* (LAS) secara fotokatalitik menggunakan  $\text{TiO}_2$ /zeolit alam maka dapat disimpulkan bahwa semakin besar kandungan logam Ti menyebabkan semakin besar aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ /ZA. Waktu optimal penyinaran yang tercapai dalam menurunkan kadar surfaktan LAS adalah pada 60

menit menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{ZA}$  A dengan sumber sinar UV  $\lambda = 365$  nm dengan persen efektivitas sebesar 78,06%. Penggunaan sumber energi mempengaruhi proses fotokatalitik karena radiasi yang dipancarkan berbeda-beda. Proses menggunakan sumber sinar lampu UV 8 watt lebih baik daripada sumber sinar yang lain dengan persen efektivitas sebesar 94,30%. Proses penurunan kadar LAS tidak semata-mata karena proses fotokatalitik, tetapi juga oleh proses adsorpsi.

## 2. Biodegradable

Budiawan (2009) melakukan penelitian tentang optimasi biodegradabilitas dengan uji toksisitas hasil degradasi surfaktan LAS sebagai bahan deterjen pembersih menghasilkan penurunan konsentrasi LAS hingga >90% dalam waktu 10 hari menggunakan kultur campuran bakteri *Pseudomonas putida*, *Pseudomonas fluorescence*, *Bacillaria splebih* lebih cepat dibandingkan kultur tunggal *Acinetobacter*.

## 3. Adsorpsi

Khulood (2009) melakukan penelitian dengan mengadsorpsi LAS dengan konsentrasi 50-1000 mg/L menggunakan bentonit iraq. Efisiensi bentonit termodifikasi surfaktan kationik *Cetyl Pyridinium Bromide* (CPB), menunjukkan persentase adsorpsi Q(%) dari 36% untuk bentonit bebas sampai 81% untuk bentonit termodifikasi pada suhu 298 K menggunakan larutan LAS dengan konsentrasi 250 ppm. Efek pH tertinggi pada adsorpsi LAS menggunakan bentonit adalah pH 9. Parameter perhitungan termodinamika dan kinetika yang telah dipelajari menggunakan kinetika pseudo orde 1.



## 2.2 Adsorpsi

Molekul-molekul pada permukaan zat padat atau zat cair mempunyai gaya tarik ke arah dalam, karena tidak ada gaya-gaya lain yang mengimbangi. Adanya gaya-gaya ini menyebabkan zat padat dan zat cair, mempunyai gaya adsorpsi. Adsorpsi berbeda dengan absorpsi. Pada absorpsi zat yang diserap masuk kedalam adsorben sedang pada adsorpsi, zat yang diserap hanya terdapat pada permukaannya (Sukardjo, 1989).

Adsorpsi adalah kemampuan menempel suatu zat pada permukaan. Bagian yang menempel biasanya disebut sorbat, sedangkan bagian tempat menempel atau terikat disebut dengan adsorben. Adsorpsi dipengaruhi oleh permukaan suatu zat dan juga luas permukaan. Sorpsi dapat berkurang dengan adanya pemanasan, sehingga pengukuran sorpsi harus dilakukan pada temperatur konstan. Mekanisme sorpsi dapat berupa pertukaran ion (untuk yang terionisasi), dan ikatan hidrofobik (untuk zat organik yang tidak larut) (Soemirat, 2003).

Adsorpsi oleh zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisika (fisorpsi) dan adsorpsi kimia (kemisorpsi). Adsorpsi secara fisika terjadi jika antaraksi antara adsorbat dan permukaan adsorben merupakan interaksi Van der Waals. Adsorpsi ini bersifat reversibel, yang berarti atom-atom atau molekul-molekul yang terikat pada adsorben dapat dilepaskan kembali (desorpsi). Panas atau energi yang dilepaskan dalam proses ini cukup rendah sekitar 20 kJ/mol. Adsorpsi secara kimia melepaskan energi di atas 20 kJ/mol. Adsorpsi secara kimia terjadi jika molekul adsorbat bereaksi atau terikat secara kimia, terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan baru. Adsorpsi ini bersifat irreversibel. Pada

pembentukan ikatan diperlukan energi pengaktifan, sehingga untuk melepaskan ikatannya kembali diperlukan energi yang besarnya relatif sama dengan energi pada saat pembentukan (Wahyuni, 2003).

## 2.3 Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich

Model isoterm Langmuir dan Freundlich telah digunakan untuk memprediksi mekanisme dan kapasitas adsorpsi.

### 2.3.1 Isoterm Langmuir

Isoterm Langmuir mengasumsikan cakupan monolayer sorben dan semua situs pada permukaan padat memiliki afinitas yang sama untuk molekul adsorbat, yang mematuhi persamaan berikut,

$$\frac{c_e}{q_e} = \frac{1}{K_e q_{\max}} + \frac{1}{q_{\max}} C_e \quad (1)$$

Keterangan:

$C_e$  = Konsentrasi Kesetimbangan dari LAS dalam larutan (mol/L)

$q_e$  = Jumlah LAS teradsorpsi persatuan massa adsorben pada kesetimbangan (mol/g)

$K_e$  = Konstanta Langmuir (L/g)

$q_{\max}$  = Kapasitas adsorpsi (mol/g)

(Dong *et al.*, 2010).

Grafik dari isoterm Langmuir adalah plot linear dari hubungan  $C_e / q_e$  vs  $C_e$  (Chang *et al.*, 2011). Energi yang dilepaskan dapat dihitung dengan persamaan berikut,

$$E = R T \ln K \quad (2)$$

Keterangan :

E= Energi yang dilepaskan (kJ/mol)

R = Tetapan gas

T = Suhu (K)

K= Konstanta Langmuir (L/g) (Umaningrum, *et al.*, 2010).

### 2.3.2 Isoterm Freundlich

Isoterm Freundlich didasarkan pada serapan multilayer di permukaan heterogen, yang didefinisikan sebagai berikut,

$$\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (3)$$

Keterangan :

$C_e$  = Konsentrasi Kesetimbangan dari LAS dalam larutan (mol/L)

$q_e$  = Jumlah LAS teradsorpsi persatuan massa adsorben pada kesetimbangan (mol/g)

$K_F$  = Konstanta Freundlich (L/g)

$n$  = Intensitas adsorpsi

Grafik dari isoterm Freundlich adalah plot linier dari hubungan  $\ln q_e$  vs  $\ln C_e$  (Changet *al.*, 2011).

## 2.4 Kinetika Adsorpsi

### 2.4.1 Kinetika Langmuir-Hinshelwood

$$\frac{\ln\left(\frac{C_0}{C_t}\right)}{C_0 - C_t} + k_o = \frac{k_1 t}{C_0 - C_t} \quad (4)$$

Keterangan :

$C_o$  = Konsentrasi awal ion LAS (mg/L)

$C_t$  = Konsentrasi ion LAS yang tersisa setelah adsorpsi selama waktu  $t$   
(mg/L)

$k_0$  = Konstanta kesetimbangan adsorpsi

$k_1$  = Konstanta laju adsorpsi ( $\text{menit}^{-1}$ )

Konstanta laju adsorpsi dapat ditentukan dari nilai slope kurva linear  $\ln(C_o/C_t)/(C_o/C_t)$  lawan  $t/(C_o/C_t)$  (Umaningrum, *et al.*, 2010).

#### 2.4.2 Kinetika Orde Satu Semu

Pada tahun 1898, Lagergren mengemukakan model kinetika orde satu semu yang didefinisikan pada persamaan berikut ini :

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e k_1 t \quad (5)$$

Keterangan :

$q_t$  = Banyaknya ion LAS yang teradsorpsi pada saat  $t$  (mol/g)

$q_e$  = Jumlah LAS teradsorpsi persatuan massa adsorben pada kesetimbangan  
(mol/g)

$k_1$  = Konstanta laju adsorpsi Pseudo-orde satu ( $\text{menit}^{-1}$ )

$t$  = Waktu adsorpsi (menit)

Jika dilakukan plot  $\ln(q_e - q_t)$  vs  $t$  maka akan diperoleh nilai  $k_1$  dan  $q_e$  (Umaningrum, *et al.*, 2010).

### 2.4.3 Kinetika Orde Dua Semu

Ho memperkenalkan model kinetika adsorpsi pada sistem fasa cair-padat yang disebut dengan model kinetika adsorpsi orde dua semu. Model kinetika orde kedua McKay dan Ho yang didefinisikan pada persamaan berikut ini :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (5)$$

Keterangan :

$q_t$  = Banyaknya ion LAS yang teradsorpsi pada saat t (mol/g)

$q_e$  = Jumlah LAS teradsorpsi persatuan massa adsorben pada kesetimbangan (mol/g)

$k_2$  = Konstanta laju Pseudo-orde dua (g/mg menit)

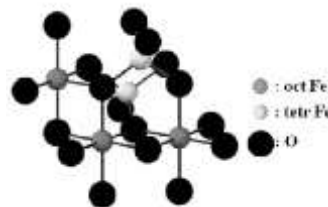
t = Waktu adsorpsi (menit)

Grafik model kinetika adsorpsi pseudo-orde kedua McKay & Ho adalah plot hubungan  $t/q_t$  vs t (Donget *al.*, 2010).

## 2.5 Magnetit

Besi adalah logam yang kedua melimpahnya, sesudah Al dan unsur keempat yang paling melimpah dalam kulit bumi. Teras bumi dianggap terutama terdiri atas Fe dan Ni. Bijih yang utama adalah *hematite*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , *magnetite*  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , *limonite*  $\text{FeO}(\text{OH})$ , dan *siderite*  $\text{FeCO}_3$ . Oksida kristal yang hitam,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , suatu campuran  $\text{Fe}^{\text{II}}\text{-Fe}^{\text{III}}$  terdapat dialam sebagai *magnetite*. (Cotton dan Wilkinson, 1989).

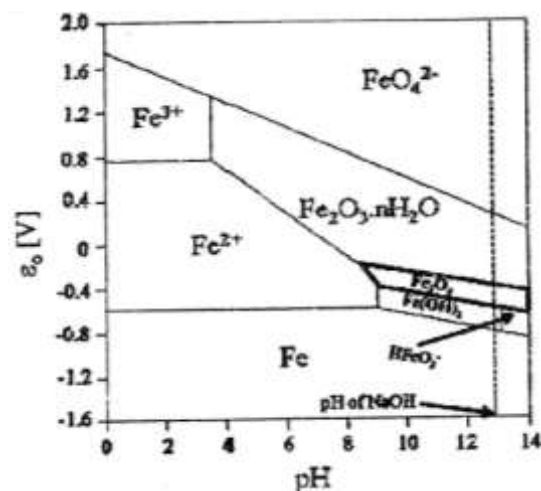
Magnetit merupakan salah satu jenis oksida besi. Magnetit mempunyai rumus kimia  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan mempunyai struktur spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, di mana celah-celahnya ditempati oleh ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$ . Delapan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral, karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen. Sisanya delapan ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan delapan ion  $\text{Fe}^{2+}$  berada pada bagian oktahedral, karena ion-ion oksigen disekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen (Tejaet *al.*, 2009). Struktur kristal magnetit disajikan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Struktur Kristal Magnetit

Secara termodinamika, presipitasi sempurna  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diharapkan antara pH 9 dan 14, sesuai dengan diagram Pourbaix yang disajikan pada Gambar 2.8. Illes dan Tombacz (2003) dalam El-Kharrag (2011) menunjukkan titik isoelektrik (IEP) yaitu 8. IEP adalah titik di mana tidak ada pergerakan partikel dalam medan listrik dan diukur dengan elektroforesis. Kenegatifan dari permukaan magnetit meningkat dengan meningkatnya alkalinitas dari media. Selain itu, pengukuran *zeta-potensial* *sols* magnetit murni menunjukkan titik nol muatan (PZC) yaitu 8,2, yang dekat dengan nilai IEP (Tombacz dkk, 2006 dalam El-Kharrag 2011). pH di mana permukaan memiliki jumlah yang sama antara situs adsorpsi positif dan

negatif disebut titik nol muatan (PZC) dan diukur dengan titrasi potensiometri. Fakta-fakta ini sebelumnya digunakan untuk stabilisasi elektrostatik dari nanopartikel dalam larutannya.



Gambar 2.8 Diagram Pourbaix Stabilitas Termodinamika dari berbagai Fase Oksida dan Hidroksida Besi dengan Variasi Nilai pH (Pourbaix, 1974 dalam El-Kharrag dkk., 2011)

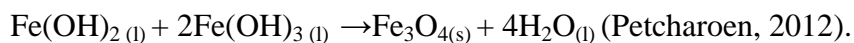
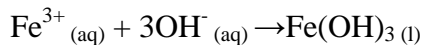
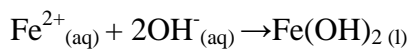
Dalam media sangat basa, diagram Pourbaix menunjukkan bahwa fase seperti  $Fe_3O_4^{2-}$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Fe(OH)_2$  dan  $HFeO_2^-$  juga mungkin ada pada kondisi ini. Fase ini dapat dibedakan satu dengan yang lain menggunakan berbagai teknik karakterisasi seperti XRD dan Spektroskopi Inframerah (IR) (Pourbaix, 1974 dalam El-Kharrag *et al.*, 2011).

## 2.6 Kopresipitasi

Kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi dapat terjadi oleh pembentukan

*kristal campur* atau oleh adsorpsi ion-ion selama proses pengendapan (Day dan Underwood, 1986).

Reaksi kopresipitasi magnetit sebagai berikut :



Beberapa hal yang perlu diperhatikan agar diperoleh endapan yang baik:

1. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer dengan melarutkan  $\text{FeCl}_3$  dan  $\text{FeSO}_4$  ke dalam aquades
2. Pereaksi pengendap  $\text{NH}_4\text{OH}$  ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk
3. Pengendapan dilakukan pada daerah pH 11 yang akan membentuk secara kuantitatif (Hermawanti, 2009).

## 2.7 Spektrofotometer UV-VIS

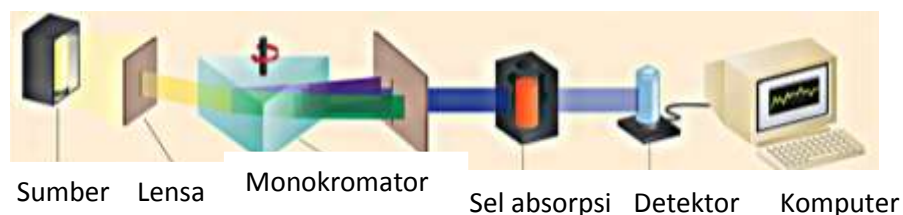
Spektrofotometer adalah alat yang terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang (Khopkar, 1990). Dalam penelitian ini, spektrofotometer UV-VIS digunakan untuk mengetahui konsentrasi LAS dari kurva kalibrasi yang diperoleh.



Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum tampak yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blangko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blangko ataupun pembanding.

1. Sumber : Sumber yang biasa digunakan pada spektroskopi absorpsi adalah lampu wolfram.
2. Monokromator digunakan untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis. Alatnya dapat berupa prisma ataupun grating. Untuk mengarahkan sinar monokromatis yang diinginkan dari hasil penguraian ini dapat digunakan celah.
3. Sel absorpsi yang dapat digunakan pada pengukuran di daerah tampak adalah kuvet kaca, tetapi untuk pengukuran pada daerah UV menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini. Sel yang digunakan berbentuk persegi dan silinder.
4. Detektor berperan untuk memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar,1990).

Skema kerja spektrofotometer UV-VIS disajikan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Skema Kerja Spektrofotometer UV-VIS

Prinsip Kerja UV-VIS adalah cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Kemudian detektor akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif dengan membandingkan absorbansi sampel dan kurva standar. Dalam penelitian ini, spektrofotometer UV-VIS digunakan untuk mengetahui konsentrasi LAS dari kurva kalibrasi yang diperoleh (Khopkar, 1990).

## **2.8 Spektrofotometer Infra Merah (*Infrared spectroscopy, IR*)**

Daerah radiasi spektroskopi inframerah (IR) berkisar pada bilangan gelombang  $12800-10\text{ cm}^{-1}$ . Spektroskopi IR digunakan untuk penentuan struktur, khususnya senyawa organik dan untuk analisis kuantitatif. Spektrum infra merah memberikan puncak-puncak maksimal yang jelas sebaik puncak minimumnya (Khopkar, 1990). Dalam penelitian ini, spektrofotometer Infra Merah digunakan untuk mengetahui terbentuknya magnetit dari hasil sintesis, yang ditunjukkan

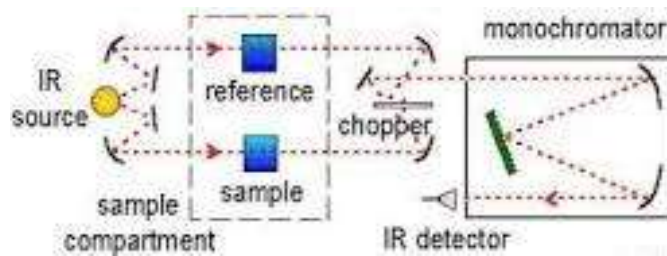
dengan adanya pita serapan yang lebar dan menyebar di sekitar bilangan gelombang  $590\text{-}579\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi ulur Fe-O magnetit.

Instrumen spektrofotometer inframerah :

1. Sumber radiasi yang paling umum digunakan adalah Nernst atau lampu Glower, yang dibuat dari oksida-oksida zirkonium dan yttrium, berupa batang berongga dengan diameter 2 mm dan panjang 30 mm. Batang ini dipanaskan sampai  $1500\text{-}2000^\circ\text{C}$  dan akan memberikan radiasi diatas  $7000\text{ cm}^{-1}$ . Sumber glower (globar) juga digunakan dalam beberapa instrumen dengan absorpsi sekitar  $5200\text{ cm}^{-1}$ . Sumber ini untuk daerah  $>15\mu$  sebagai output energi radiasi.
2. Monokromator digunakan dalam alat inframerah terbuat dari berbagai macam bahan, misal: prisma dan celah yang terbuat dari gelas, lelehan silika, LiF,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{BaF}_2$ , NaCl, AgCl, KBr, CsI. Tetapi umumnya prisma NaCl digunakan untuk daerah  $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$  dan prisma KBr untuk  $400\text{ cm}^{-1}$
3. Detektor yang digunakan adalah detektor termal
4. Amplifier adalah penguat dalam sistem optik spektrofotometer IR, karena sinyal radiasi IR sangat kecil atau lemah (Khopkar, 1990).

Skema kerja spektrofotometer Infra Merah disajikan pada Gambar 2.10. Prinsip kerja spektrofotometer Inframerah adalah sinar radiasi IR sebelum menembus sampel dan refrence displit terlebih dahulu supaya pembacaan tidak lama. Setelah sinar IR displit, sinar terbagi menjadi dua arus, yaitu sinar yang menuju sampel dan sinar yang menuju larutan baku pembading. Kemudian kedua berkas sinar tersebut masuk ke chopper sehingga keluar output sinar yang

diteruskan ke monokromator. Sinar masuk melalui celah masuk atau entrance pada monokromator. Di dalamnya terdapat grating dan sinar difokuskan oleh grating. Setelah itu sinar keluar melalui celah keluar atau extrance slit dan masuk ke alat scan frekuensi baru diteruskan ke detektor. Oleh detektor sinar diubah menjadi sinyal elektrik dan diperkuat oleh amplifier. Kemudian sinyal tersebut diinterpretasikan dalam bentuk spektrum inframerah dengan bantuan perangkat lunak dalam komputer (Khopkar, 1990).



Gambar 2.10 Skema Kerja Spektrofotometer Infra Merah

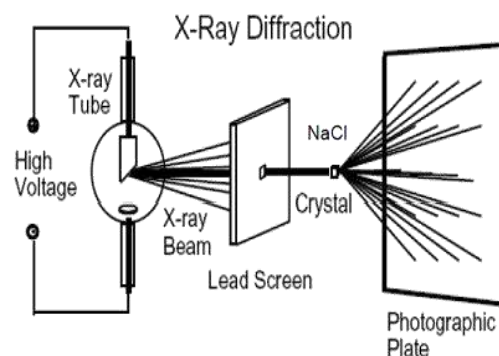
## 2.9 Difraksi Sinar-X

Sinar-X yang merupakan radiasi elektromagnet dengan panjang gelombang sekitar 100 pm dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menghasilkan radiasi dengan jarak panjang gelombang kontinu yang disebut *Bremsstrahlung* (*Bremsse* adalah kata Jerman yang berarti rem, *Strahlung* berarti sinar). Pada kontinum itu tertumpuk beberapa puncak tajam berintensitas tinggi. Puncak ini berasal dari interaksi antara elektron datang dengan elektron pada kulit dalam atom. Tumbukan itu mengeluarkan sebuah elektron, dan elektron dengan

energi lebih tinggi masuk ke tempat kosong, dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X (Atkins, 1999).

Difraktometri sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material (Ghozali, 2010). Selain itu, teknik ini dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal dan penentuan kemurnian hasil sintesis (Wahyuni, 2003). Dalam penelitian ini, XRD digunakan untuk mengetahui bentuk kristal magnetit pada daerah sudut difraksi  $20^{\circ}$ - $70^{\circ}$  karena magnetit menghasilkan difraktogram pada daerah tersebut.

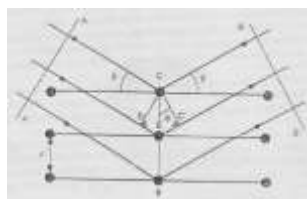
Komponen utama XRD yang terdiri dari tabung katoda (tempat terbentuknya sinar-X), sampel holder, dan detektor. Pada XRD menggunakan sumber Co dengan komponen lain berupa cooler yang digunakan untuk mendinginkan, karena ketika proses pembentukan sinar-X dikeluarkan energi yang tinggi dan menghasilkan panas. kemudian seperangkat komputer dan CPU (Atkins, 1999). Skema kerja XRD disajikan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Skema Kerja XRD

Prinsip kerja XRD adalah sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katoda dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan

suatu voltase. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Kemudian disaring oleh kertas perak atau kristal monokrometer, yang akan menghasilkan sinar-X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Tembaga adalah bahan sasaran yang paling umum untuk difraksi sinar tunggal. Sinar-X ini mengarah ke sampel. Saat sampel dan detektor diputar, intensitas sinar-X pantul itu direkam. Ketika geometri dari peristiwa sinar X tersebut memenuhi persamaan Bragg, interferens konstruktif terjadi dan suatu puncak di dalam intensitas terjadi. Detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini dan mengkonversi isyarat itu menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer (Atkins, 1999). Difraksi sinar-X disajikan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Difraksi Sinar-X

### **2.10 Brunauer-Emmet-Teller (BET)**

Metode BET pertama kali ditemukan oleh Brunauer, Emmet, dan Teller pada tahun 1938. Metode ini digunakan untuk permukaan yang datar (tidak ada lekukan) dan tidak ada batas dalam setiap layer yang dapat digunakan dalam menjelaskan luas permukaan. Teori BET dikembangkan berdasarkan adsorpsi multilayer. Metode ini digunakan berdasarkan asumsi bahwa setiap permukaan mempunyai tingkat energi yang homogen (energi adsorpsi tidak mengalami

perubahan dengan adanya adsorpsi di layer yang sama) dan tidak ada interaksi selama molekul teradsorpsi (Donget *al.*, 2010). Dalam penelitian ini, BET digunakan untuk mengetahui luas permukaan magnetit hasil sintesis.

Alat ini prinsip kerjanya menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon, dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan biasanya suhu didih dari gas tersebut. Alat tersebut pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu (Dong *et al.*, 2010).

### **2.11 Metode Bahan Aktif Metilen Blue (MBAS)**

Metode MBAS (*Metylen Blue Active Surfactant*) adalah menambah zat metilen biru yang berikatan dengan surfaktan dan dianalisis dengan UV-VIS. Hal ini sesuai dengan intensitas warna biru pada ekstrak kloroform yang diukur dengan UV-VIS. Konsentrasi surfaktan LAS pada sampel dapat diketahui dengan menggunakan kurva kalibrasi. Konsentrasi yang terbaca adalah kadar surfaktan anionik pada sampel yang berikatan dengan metilen biru. Ekstraksi pelarut MBAS prinsipnya adalah distribusi zat berdasarkan kelarutan terhadap pelarut yang ditambahkan. Tujuannya agar surfaktan anionik terikat dengan metilen biru dan terlarut dalam fase kloroform. Metilen biru adalah senyawa organik hidrofob dan mempunyai gugus amonium kuartener yang memungkinkan lebih efektif untuk membentuk suatu disosiasi ion dengan surfaktan-surfaktan yang mempunyai hidrokarbon panjang (Krismiyati, 2009).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi Penelitian**

Kegiatan penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang. Penelitian tentang karakterisasi *Spektrofotometer UV-VIS* dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA UNNES, sementara karakterisasi *Spektrofotometer Infra Merah* dan *X-Ray Diffractometer (XRD)* di Universitas Gadjah Mada Yogyakarta. Karakterisasi BET dilakukan di Universitas Sebelas Maret (UNS) Surakarta.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

Populasi dalam penelitian ini adalah larutan standar Linear Alkilbenzena Sulfonat (LAS). Sampel dalam penelitian ini adalah cuplikan larutan standar Linear Alkilbenzena Sulfonat.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

##### **3.3.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas adalah variabel yang akan diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah pH, waktu kontak dan konsentrasi.

Variasi pH : 4, 6, 7, 9

Variasi waktu kontak : 10, 15, 30, 60, 90, 120, 150 menit



Variasi konsentrasi LAS: 0,5; 0,9; 1; 1,4; 1,8; 2 ppm

### **3.3.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah jumlah LAS yang teradsorpsi menggunakan magnetit.

### **3.3.3 Variabel Terkendali**

Variabel terkendali adalah faktor-faktor yang dapat mempengaruhi hasil reaksi adalah massa serbuk magnetit, kecepatan pengadukan.

Massa serbuk magnetit : 0,01 gram

Kecepatan pengadukan : 200 rpm

## **3.4 Alat dan Bahan**

### **3.4.1 Alat**

Termometer, pH meter, magnet permanen, buret, statif, corong, vacum buchner, neraca analitik Denver Instrument ( $\pm 0,1$  mg), hot plate, magnetit stirrer, erlenmeyer, beaker glass, cawan petri, spatula, pipet volume, ball pipet, pipet tetes, oven memmert, labu takar, corong pisah, pipet ukur, Spektrofotometer UV-Vis 1240 Shimadzu, XRD, IR Shimadzu, dan BET (NOVA instrument @1994-2007 Quantachrome instrument version 10.01).

### **3.4.2 Bahan**

6,2628 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kadar 97%, 7,0202 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  kadar 99%, NaOH 1 M, aquades, LAS(Merck), indikator fenolftalin 0,5%, larutan NaOH 1N,

larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6N,  $\text{NH}_4\text{OH}$  3,5 M,  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 M,  $\text{HNO}_3$  0,1 M larutan metylen blue, kloroform pekat, larutan pencuci, kertas whatman.

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Sintesis Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dan Karakteristiknya**

Tahap awal sintesis magnetit dilakukan dengan melarutkan 7,0202 gram  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dengan aquades 25 mL dan 6,2628 gram  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan aquades 25 mL (perbandingan mol 1: 2), lalu kedua larutan tersebut dicampurkan dan diaduk hingga homogen. Kemudian campuran dipanaskan pada suhu  $55^\circ\text{C}$  dan diaduk dengan magnetit stirer kecepatan 500 rpm sambil di titrasi dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  3,5M (164 mL) hingga pH 11, terbentuklah endapan hitam  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Setelah itu campuran didinginkan pada suhu kamar. Campuran di saring dengan kertas whatman menggunakan vacum buchner dan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Endapan hitam dikeringkan dalam oven pada suhu  $65^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Tahap terakhir endapan kering dikarakterisasi dengan menggunakan uji kemagnetan dengan magnet permanen, IR, XRD, dan BET.

#### **3.5.2 Adsorpsi LAS dengan Magnetit $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

##### ***3.5.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum***

Larutan LAS dengan konsentrasi 0,4 ppm dimasukkan kedalam corong pisah, kemudian ditambahkan 5 ml larutan metilen biru dan 2 ml kloroform ke dalam corong pisah dan dikocok selama 30 detik, dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa. Lapisan kloroform dipisahkan dari fasa air, dan fasa air diekstrak kembali

dengan 2 ml kloroform sebanyak 2 kali. Semua fasa kloroform dicampurkan dan ditambahkan 10 ml larutan pencuci, kemudian campuran dikocok selama 30 detik. Ekstrak kloroform dipisahkan dan fasa air diekstrak kembali dengan 2 ml kloroform sebanyak 2 kali, semua ekstrak kloroform disatukan. Kemudian absorbansinya diukur pada panjang gelombang 640-659 nm menggunakan spektrofotometer Uv-Vis untuk menentukan panjang gelombang optimumnya (SNI 06-6989.51-2005).

#### ***3.5.2.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi LAS dengan MBAS***

Masing-masing 20 ml larutan blanko dan larutan kerja dengan kadar surfaktan 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1,2 mg/L; 1,6 mg/L; 2 mg/L; 2,4 mg/L; 2,8 mg/L; 3,2 mg/L; 3,6 mg/L dimasukkan ke dalam corong pemisah 250 ml. Lalu masing-masing ditambahkan larutan biru metilen 5 ml dan 2 ml kloroform, kemudian dikocok kuat-kuat selama 30 detik. Larutan dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa. Lapisan bawah (fasa kloroform) ditampung ke dalam corong pemisah yang lain. Fasa air dalam corong pisah diekstraksi kembali sebanyak dua kali dengan ditambahkan 2 ml kloroform, kemudian dikocok kuat-kuat selama 30 detik, larutan dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa. Lapisan bawah (fasa kloroform) ditampung ke dalam corong pemisah yang lain. Semua fasa kloroform disatukan, kemudian sebanyak 10 ml larutan pencuci ditambahkan ke dalam fasa kloroform gabungan dan di kocok kuat-kuat kemudian dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa. Lapisan bawah (kloroform) dikeluarkan dan ditampung ke dalam labu ukur. Sebanyak 2 mL kloroform ditambahkan ke dalam fasa air hasil pengerjaan,

kemudian dikocok kuat-kuat selama 30 detik. Larutan dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa, lapisan bawah (kloroform) ditampung ke dalam labu. Fasa air diekstraksi kembali, sebanyak 2 mL kloroform ditambahkan ke dalam fasa air hasil pengerjaan, kemudian dikocok kuat-kuat selama 30 detik. Larutan dibiarkan hingga terjadi pemisahan fasa, lapisan bawah (kloroform) ditampung ke dalam labu. Semua fasa kloroform disatukan. Absorbansinya diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 651,5 nm (SNI 06-6989.51-2005).

#### ***3.5.2.3 Optimasi pH***

Larutan standar LAS dibuat dengan konsentrasi 2 ppm sebanyak 50 mL pada pH 4, 6, 7, dan 9. Kemudian absorbansinya diukur menggunakan UV-Vis sebagai absorbansi awal. Lalu sebanyak 0,01 gram serbuk magnetit dimasukkan ke masing-masing larutan. Masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 30 menit. Setelah itu filtrat dipisahkan menggunakan magnet permanen. Filtrat diukur absorbansinya menggunakan UV-Vis untuk menentukan kadar LAS dengan MBAS (SNI 06-6989.51-2005).

#### ***3.5.2.4 Optimasi Waktu Kontak***

Larutan standar LAS dibuat dengan konsentrasi 2 ppm sebanyak 50 mL pada pH optimum. Kemudian absorbansi diukur menggunakan UV-Vis sebagai absorbansi awal. Setelah itu sebanyak 0,01 gram serbuk magnetit dimasukkan ke masing-masing larutan. Lalu masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama 10, 15, 30, 60, 90, 120,

dan 150 menit. Setelah itu filtrat dipisahkan menggunakan magnet permanen. Filtrat diukur absorbansinya menggunakan UV-Vis untuk menentukan kadar LAS dengan MBAS (SNI 06-6989.51-2005).

#### **3.5.2.5 Optimasi Konsentrasi**

Larutan standar LAS dibuat dengan konsentrasi 0,5; 0,9; 1; 1,4; 1,8; 2 ppm sebanyak 50 mL pada pH optimum. Kemudian absorbansi diukur menggunakan UV-Vis sebagai absorbansi awal. Setelah itu sebanyak 0,01 gram serbuk magnetit dimasukkan ke masing-masing larutan. Lalu masing-masing larutan dikocok dengan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama waktu optimum. Setelah itu filtrat dipisahkan menggunakan magnet permanen. Filtrat diukur absorbansinya menggunakan UV-Vis untuk menentukan kadar LAS dengan MBAS (SNI 06-6989.51-2005).

## BAB V

### SIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Metode kopresipitasi dapat digunakan untuk sintesis magnetit, metode ini melibatkan kopresipitasi larutan garam  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Fe}^{3+}$  oleh penambahan basa dan menghasilkan serbuk hitam magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).
2. Karakterisasi magnetit dengan FTIR pada bilangan gelombang  $586,36 \text{ cm}^{-1}$  dan  $401,19 \text{ cm}^{-1}$  terdapat pita serapan utama melebar dan menyebar yang merupakan vibrasi ulur FeO magnetit. Karakterisasi dengan XRD diperoleh semua sisi puncak magnetit hasil sintesis konsisten dengan data standar untuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (file JCPDS No. 85-1436) dengan ukuran inti rata-rata partikel sebesar  $19,34 \text{ nm}$ . Karakterisasi dengan BET diperoleh magnetit hasil sintesis yang memiliki luas permukaan sebesar  $56,97 \text{ m}^2/\text{g}$ , volume pori total sebesar  $0,3076 \text{ cm}^3/\text{g}$ , dan jari-jari pori rerata sebesar  $10,79 \text{ nm}$ . Karakterisasi uji kemagnetan dengan magnet permanen dapat menarik magnetit hasil sintesis.
3. Keadaan optimum penyerapan LAS dengan adsorben magnetit adalah pada pH 6,07, waktu kontak optimum selama 60 menit dan konsentrasi optimum sebesar  $2,44 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ .

4. Parameter kinetika dan isoterm yang telah dipelajari untuk adsorpsi LAS menggunakan magnetit adalah kinetika pseudo orde dua Ho dan Isoterm Langmuir. Energi yang dilepaskan sebesar  $28,14 \text{ kJ mol}^{-1}$ .

## 5.2 Saran

Pada penelitian yang telah dilakukan, peneliti menggunakan uji kemagnetan dengan menarik magnetit hasil sintesis menggunakan magnet permanen, namun belum dapat diketahui sifat kemagnetan magnetit hasil sintesis. Oleh karena itu perlu dilakukan analisis menggunakan VSM (Vibrating Sample Magnetometer).

## DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, R. 2004. *Kimia Lingkungan*. Jakarta: Universitas Negeri Jakarta. Halaman 112-114.
- Andrade, A.L., Diana, M.S., Marcio, C. P., Jose, D, F. 2010. Ph Effect on the Synthesis of Magnetite Nanoparticles by the Chemical Reduction-Precipitation Method. *Quim Nova*, 33 (3) : 524-527.
- Atkins, P.W. 1999. *Kimia Fisika jilid 2* (Edisi Keempat). Translated by Irma. Jakarta: Erlangga. Halaman 169.
- Badan Standarisasi Nasional. 2005. SNI 06-6989.51-2005.Cara Uji Kadar Surfaktan Anionik dengan Spektrofotometer secaraBiru Metilen. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- Budiawan. Fatisa, Y., Khairani, N. 2009. Optimasi Biodegradabilitas dan Uji Toksisitas Hasil Degradasi Surfaktan Linear Alkil Benzena Sulfonat (LAS) Sebagai Bahan Deterjen Pembersih. *Makara Sains*, 13 (2):125-133.
- Chang, Q., Zhu, L., Luo, Z., Lei, M., Zhang, S., Tang, H. 2011. Sono-Assisted Preparation of Magnetic Magnesium–Aluminum Layered Double Hydroxides and their Application for Removing Fluoride. *Ultrasonics Sonochemistry*, (18): 553-561.
- Cotton dan Wilkinson.1989. *Kimia Anorganik Dasar*.Jakarta : Universitas Indonesia (UI-Press). Halaman 462-463.
- Day, R.A., dan Underwood, A.L. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*(Edisi Kelima).Translated by Aloysius.1989. Erlangga: P.T. Gelora Aksara Pratama. Halaman 86.
- Dong, L., Zhu, Z., Qiu, Y., Zhao, J. 2010. Removal of Lead from Aqueous Solution by Hydroxyapatite/Magnetite Composite Adsorbent. *Chemical Engineering Journal*, 165:827-834.
- El-kharrag, R., Amr, A., Yaser, E. 2011. Low Temperature Synthesis of Monolithic Mesoporous Magnetite Nanoparticles. *Ceramica international*. 1-7.
- Fessenden dan Fessenden. 1986. *Kimia Organik* (Edisi ketiga). Erlangga: PT. Gelora Aksara Pratama. Halaman 411-413.
- Ghozali, Agus Imam. 2010. Fotodegradasi Zat Warna Remazol Red Menggunakan Katalis  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Core Shel Nanostruktur. *Skripsi*.



- Semarang : Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang. Halaman 20.
- Hartoyo, A. W.W., Wahyuni, S., dan Harjito. 2013. Penurunan Kadar Linear Alkyl Sulfonate Oleh Fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{Zeolit Alam}$ . *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2 (2) : 108-113.
- Hermawanti, Susi. 2009. Analisis Tembaga Melalui Poses Kopersipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbonat secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Tugas Akhir II*. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang. Halaman 15.
- Hu, J., Guohua, C., Irene, M.C. 2005. Removal and Recovery of Cr (VI) from Wastewater by Maghemite Nanoparticles. *Water Research*, 39: 4528-4536.
- Iwasaki, T., Kosaka, K., Yabuuchi, T., Watano, s., Yanagida, T., Kawai, T. 2009. Novel Mechanochemical Process for Synthesis of Magnetite Nanoparticles using Coprecipitation Method. *Advanced Powder Technology*, 20 : 521-528.
- Khopkar, S., M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Translated by A. Saptoraharjo. Jakarta : Universitas Indonesia (UI-Press). Halaman 216-236.
- Khulood, A., Al-Sa'adi, Al Meammar, A. 2009. Adsorption Studies of Linear Alkylbenzene Sulfonate using Iraqi Bentonite Clays. *Iraqi Journal of Science*, 50 (2) : 144-151.
- Krismiayati, I. 2009. Adsorpsi Alkil Benzena Sulfonat (ABS) pada Air Limbah Rumah Tangga menggunakan Tanah Diatomea teraktivasi. *Tugas Akhir II*. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang. Halaman 22.
- Lu, W., Yuhua, S., Anjian, X., Weiqiang, Z. 2010. Green Synthesis and Characterization of Supermagnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles. *Journal of Magnetism and magnetic*, 322: 1828-1833.
- Maity, D., Agrawal, D. 2007. Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Under Oxidizing Environment and their Stabilization in Aqueous and Non-Aqueous Media. *Journal of Magnetism and magnetic*, 308: 46-55.
- Petcharoen, K. Sirivat, A. Synthesis and Characterization of Magnetite Nanoparticles via the Chemical Co-Precipitation Method. 2012. *Material Science and Engineering B*, 177: 421-427.
- Petrova, T. M., Fachikov, L., Hristov, J. 2011. The Magnetite Adsorbent for Some Hazardous Species from Aqueous Solutions : a review. *International Review of Chemical Engineering*, 3 (2) : 134-152.

- Puspitasari, D.P. 2006. Adsorpsi Surfaktan Anionik pada berbagai pH menggunakan Karbon Aktif termodifikasi Zink Klorida. *Skripsi*. Bogor: Jurusan Kimia Institut Pertanian Bogor.
- Respati. 1980. *Pengantar Kimia Organik Jilid dua*. Jakarta : PT Rineka Cipta. Halaman 137-138.
- Santosa, N. B. 2009. *Kimia Lingkungan*. Semarang : Universitas Negeri Semarang. Halaman 7.
- Siregar, M. 1989. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Jakarta: Proyek Pengembangan Lembaga Pendidikan Tenaga Kependidikan. Halaman : 271.
- Soemirat, J. 2003. *Toksikologi Lingkungan*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press. Halaman : 58-59.
- Sukardjo. 1989. *Kimia Fisika*. Yogyakarta : Rineka Cipta. Halaman : 190.
- Teja, A. S., dan Koh, P.Y. 2009. Synthesis, Properties, and Applications of Magnetic Iron Oxide Nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55: 22-25.
- Umaningrum, D., Urip, T. S., Radna, N., and Rahmad, Y. 2010. Adsorption Kinetics of Pb (II), Cd(II) and Cr (III) on Adsorbent Produced by Protected-Crosslinking of Humic Acid- Chitosan. *Indo. J. Chem.*, 10 (1): 80-87.
- Wahyuni, Sri. 2003. *Kimia Fisika 2*. Semarang: UNNES. Halaman 23 dan 45.
- Wang, S., Terdkiatburana, T. & Tade, M.O. 2008. Adsorption of Cu(II), Pb(II) and Humic Acid on Natural Zeolite Tuff in Single and Binary Systems. *Separation and Purification Technology*, (62): 64-70.
- Wang, N., Zhu, L., Wang, D., Wang, M., Lin, Z., Tang, H. 2010. Sono-assisted Preparation of Highly-efficient Peroxidase-like Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Magnetic Nanoparticles for Catalytic Removal of Organic Pollutans with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Ultrasonics Sonochemistry*, (17) : 526-533.
- Wardhana, W.A. 1995. *Dampak Pencemaran Lingkungan* (Edisi Revisi). Yogyakarta : Andi offset. Halaman : 85.

### Lampiran 1. Pembuatan Larutan

a) Larutan indikator fenolftalin 0,5%;

fenolftalin ditimbang 0,5 g, kemudian dilarutkan dengan 50 mL alkohol 95% di dalam gelas piala 250 mL. Kemudian ditambahkan 50 mL air suling dan beberapa tetes larutan NaOH 0,02 N sampai warna merah muda.

b) Larutan natrium hidroksida (NaOH) 1N;

NaOH ditimbang 4,0 g, kemudian dilarutkan dengan 50 mL air suling di dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

c) Larutan sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1N;

$\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat diambil 2,8 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 50 mL air suling. Kemudian ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

d) Larutan sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 6N;

$\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat diambil 20 mL, kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala 200 mL yang berisi 120 mL air suling dan dihomogenkan.

e) Larutan biru metilen;

biru metilen ditimbang 100 mg, kemudian dilarutkan dengan 100 mL air suling dan dihomogenkan. 30 mL larutan tersebut diambil dan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, ditambahkan 500 mL air suling, 41 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6N dan 50 g natrium fosfat monohidrat (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O), dikocok hingga larut sempurna kemudian ditambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

f) Larutan pencuci;

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6N diambil 41 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi 500 mL air suling. 50 g natrium dihidrogen fosfat monohidrat (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O) ditambahkan, kemudian dikocok hingga larut sempurna lalu ditambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

g) Larutan induk LAS 1000 mg/L

LAS 100% aktif atau natrium lauril sulfat (C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>OSO<sub>3</sub>Na) ditimbang 1,000 g, kemudian dilarutkan dengan 100 mL air suling dalam labu ukur 1000 mL kemudian ditambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

h) Larutan baku LAS 100 mg/L

Larutan induk LAS 1000 mg/L dipipet 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

i) Larutan kerja LAS

Larutan baku LAS 100 mg/L dipipet 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; 5 mL; 6 mL; 7 mL; 8 mL; dan 9 mL, kemudian dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 250 mL; kemudianditambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar surfaktananionik 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1,2 mg/L; 1,6 mg/L; 2 mg/L; 2,4 mg/L; 2,8 mg/L; 3,2 mg/L; 3,6 mg/LMBAS.

j) Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  3,5 M

$\text{NH}_4\text{OH}$  pekat diambil 22,4 mL, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

k) Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 M

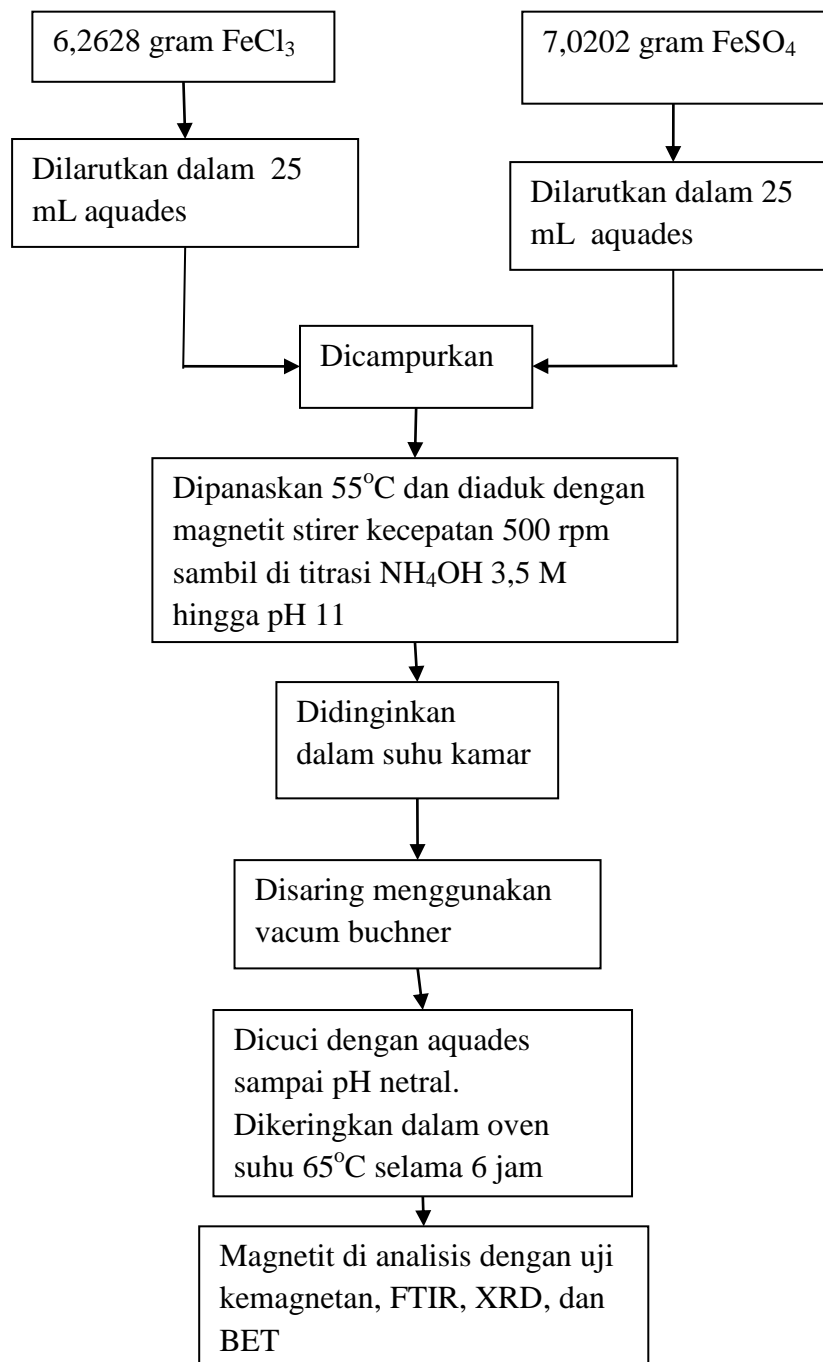
$\text{NH}_4\text{OH}$  pekat diambil 0,7 mL, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

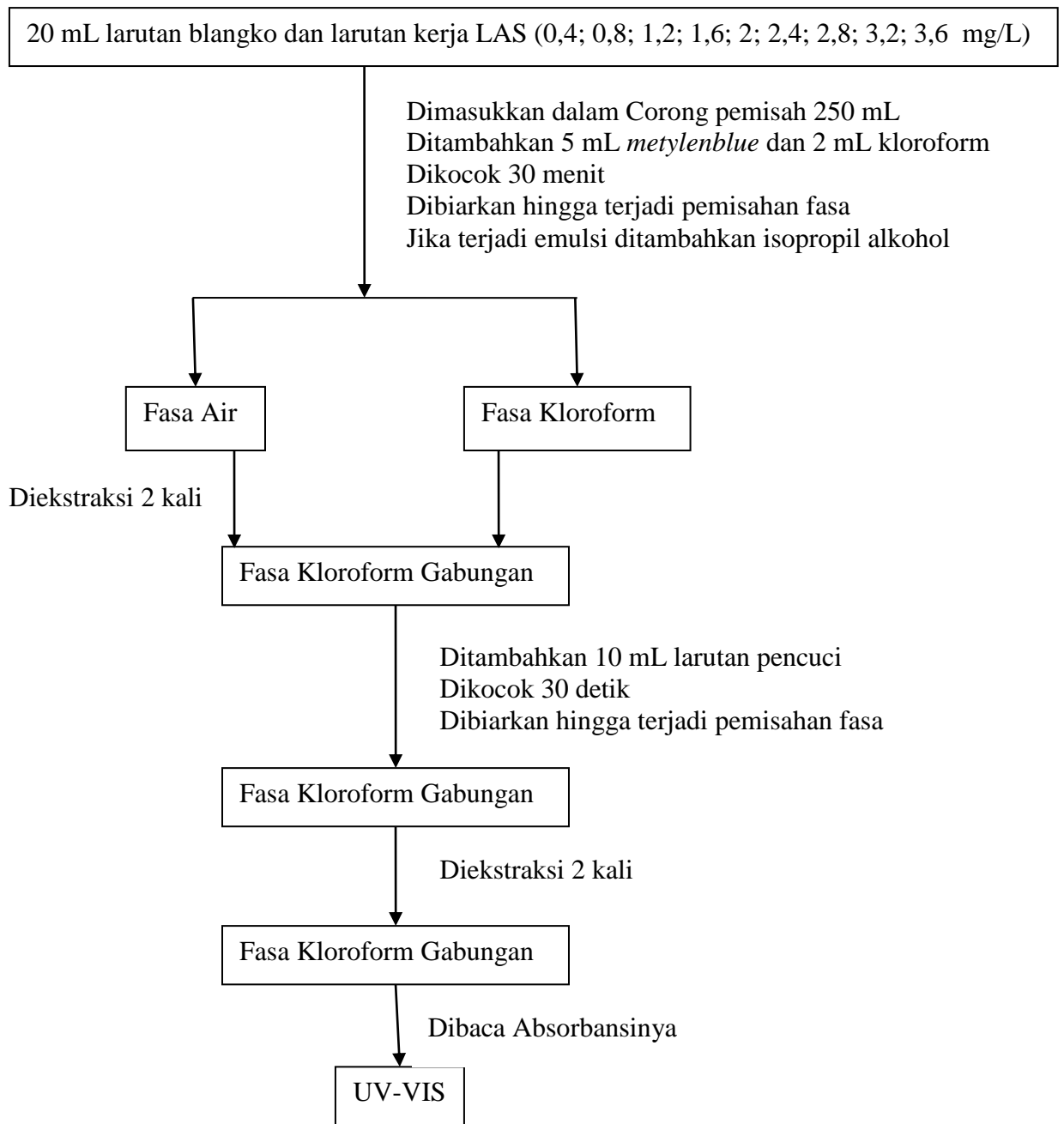
l) Larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 M

$\text{HNO}_3$  pekat diambil 0,7 mL, kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

## Lampiran 2. Skema Kerja

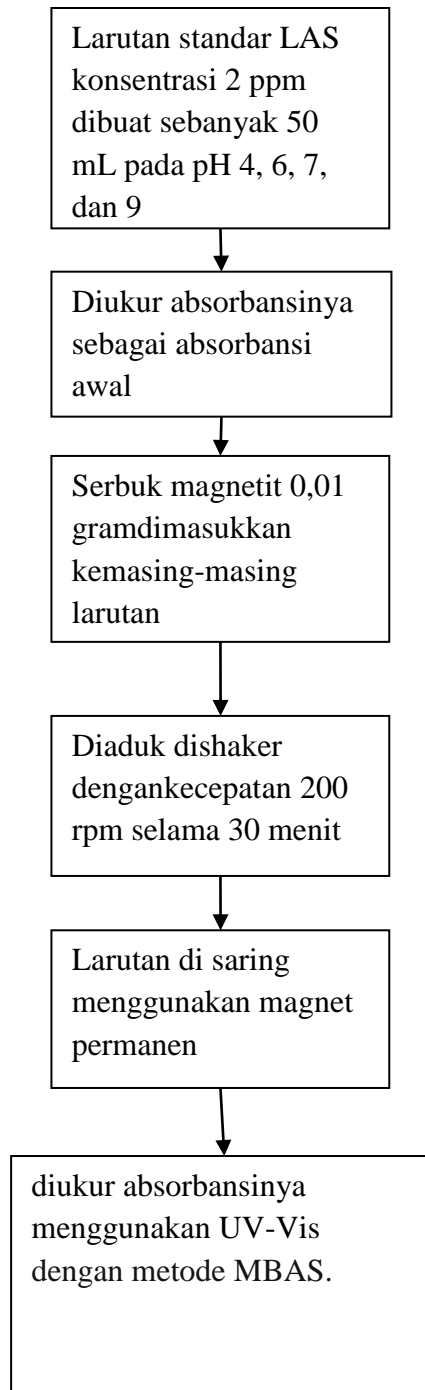
### Diagram Alir Pembuatan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )



**Diagram alir pembuatan kurva kalibrasi**

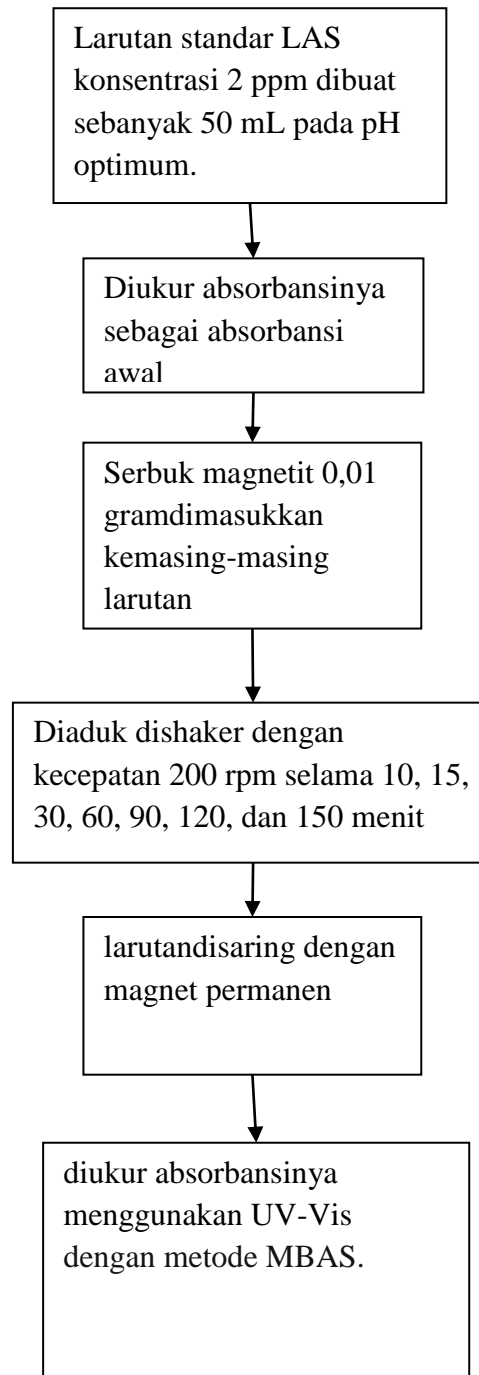
(SNI 06-6989.51-2005)

## Optimasi pH

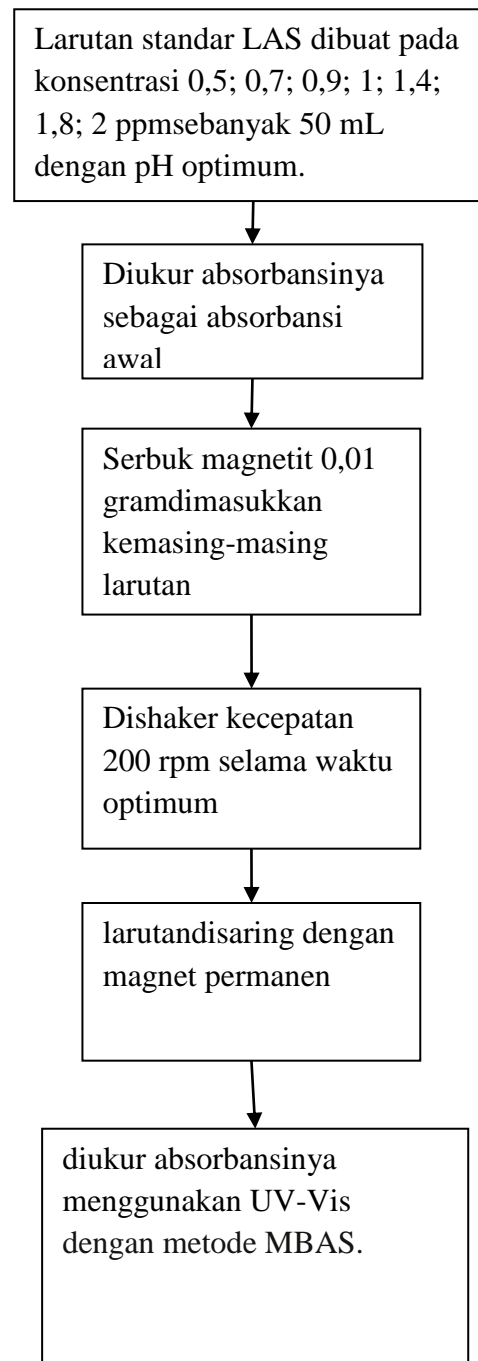




## Optimasi Waktu



## Optimasi Konsentrasi



### Lampiran 3. Sintesis Magnetit

Menghitung gram padatan  $\text{FeSO}_{4(s)}$  yang digunakan

$$M \text{ FeSO}_4 = \frac{\text{gram FeSO}_4}{\text{Mr FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1000}{\text{mL}} \times \text{kadar FeSO}_4$$

$$1 = \frac{\text{gram FeSO}_4}{278} \times \frac{1000}{25} \times \frac{100}{99}$$

$$\text{gram FeSO}_4 = \frac{1 \times 278}{40} \times \frac{100}{99}$$

$$\text{gram FeSO}_4 = 6,95 \times \frac{100}{99}$$

$$\text{gram FeSO}_4 = 7,0202 \text{ gram}$$

Menghitung gram padatan  $\text{FeCl}_{3(s)}$  yang digunakan

$$M \text{ FeCl}_3 = \frac{\text{gram FeCl}_3}{\text{Mr FeCl}_3} \times \frac{1000}{\text{mL}} \times \text{kadar FeCl}_3$$

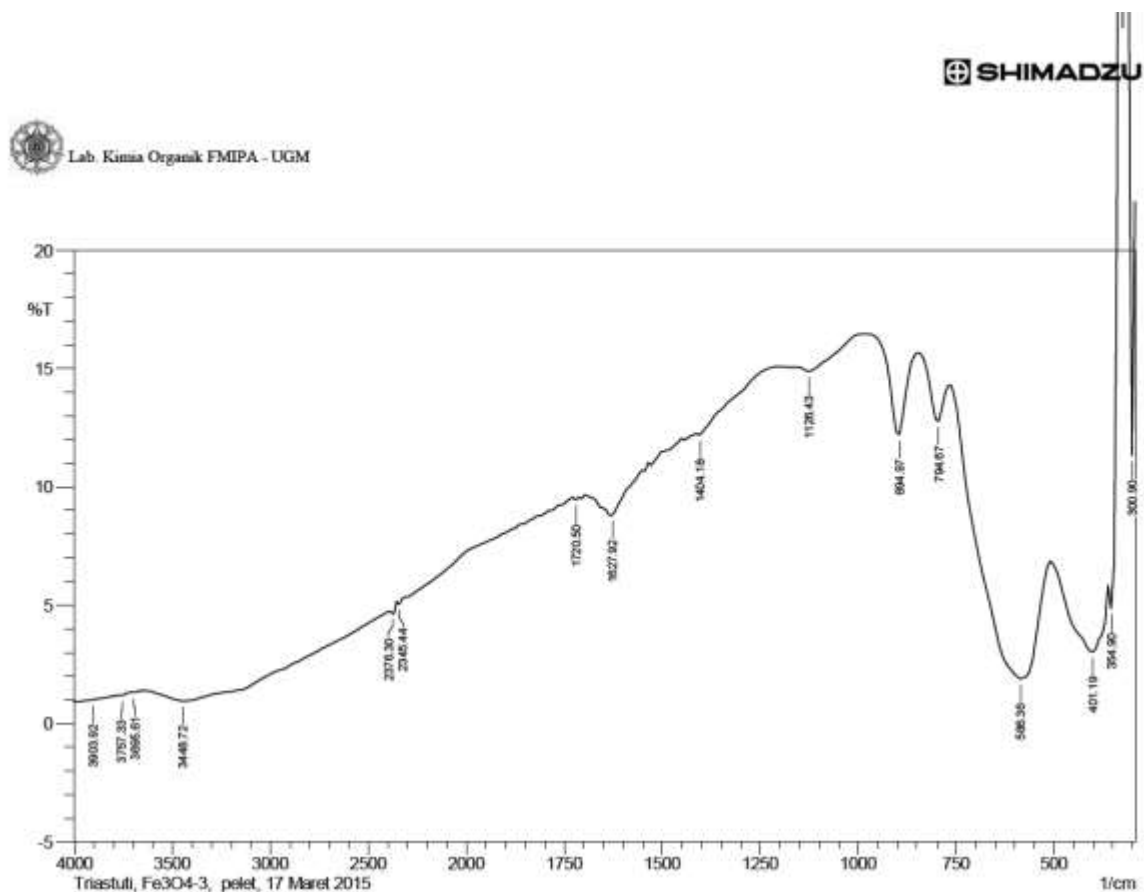
$$1,5 = \frac{\text{gram FeCl}_3}{162} \times \frac{1000}{25} \times \frac{100}{97}$$

$$\text{gram FeCl}_3 = \frac{1,5 \times 162}{40} \times \frac{100}{97}$$

$$\text{gram FeCl}_3 = 6,075 \times \frac{100}{97}$$

$$\text{gram FeCl}_3 = 6,2628 \text{ gram}$$

## Lampiran 4. Hasil analisis IR



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	11.307	14.527	308.61	293.18	12.374	2.732
2	354.9	4.852	11.927	362.62	316.33	31.715	5.952
3	401.19	3.028	3.036	501.49	362.62	191.998	24.496
4	586.36	1.884	7.214	763.81	509.21	338.962	81.872
5	794.67	12.761	1.939	840.96	771.53	59.507	1.968
6	894.97	12.193	3.72	987.55	848.68	115.039	4.65
7	1126.43	14.872	0.444	1157.29	995.27	131.04	1.078
8	1404.18	12.176	0.179	1411.89	1203.58	178.814	0.093
9	1627.92	8.793	1.444	1689.64	1450.47	236.263	5.087
10	1720.5	9.438	0.127	1728.22	1697.36	31.511	0.112
11	2345.44	5.034	0.17	2353.16	1735.93	715.139	2.61
12	2376.3	4.623	0.281	2391.73	2353.16	50.859	0.609
13	3448.72	0.943	0.856	3610.74	2399.45	2050.724	116.989
14	3695.61	1.305	0.032	3703.33	3664.75	72.27	0.397
15	3757.33	1.181	0.03	3765.05	3726.47	73.636	0.241
16	3903.92	0.985	0.021	3911.64	3795.91	227.85	0.579

Comment;

Triastuti, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-3, pelet, 17 Maret 2015

Lampiran 5. Data JCPDS Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

85-1436		Wavelength= 1.5406					
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		d(A)	Int	h	k	l	
Iron Oxide		4.8457	109	1	1	1	
		2.9673	301	2	2	0	
		2.5305	999*	3	1	1	
Magnetite		2.4228	79	2	2	2	
Rad.: CuKα1λ: 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated	2.0982	208	4	0	0
Cut off: 17.7	Int.: Calculated	I/Icor.: 5.07	1.9254	7	3	3	1
Ref: Calculated from ICSD using PCWD-12++, (1997)			1.7132	88	4	2	2
Ref: Fleet, M.E., Acta Crystallogr., Sec. B, 38, 1718 (1982)			1.6152	281	5	1	1
			1.4836	375	4	4	0
			1.4186	9	5	3	1
Sys.: Cubic	S.G.: Fd $\bar{3}$ m (227)		1.3270	29	6	2	0
a: 8.393(6)	b:	c:	A:	C:			
			1.2799	70	5	3	3
			1.2652	30	6	2	2
α:	β:	γ:	Z: 8	mp:			
			1.2114	23	4	4	4
Ref: Ibid.			1.1752	4	7	1	1
			1.1215	30	6	4	2
			1.0926	102	7	3	1
Dx: 5.202	Dm: 5.180	ICSD #: 064829					

Peak height intensity. Specimen from Iron County, UT, USA.  
 R-factor: 0.024. Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub> type. PSC: cF56. Calc. density  
 unusual but tolerable. At least one TF implausible.  
 Structural reference: Fleet, M.E., Acta Crystallogr., Sec.  
 B, 38, 1718 (1982). Mwt: 231.54. Volume[CD]: 591.22.



## Lampiran 6. Hasil analisis XRD

```

*** Basic Data Process ***
Group Name : Data 2015
Data Name : Triastuti-3
File Name : Triastuti-3.PKR
Sample Name : Fe3O4 (3)
Comment : Fe3O4 (3)

```

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	52	35.3533	2.53685	100	0.49330	127	3230
2	99	62.6600	1.48144	42	0.48000	53	1014
3	43	29.9700	2.97912	39	0.42660	49	1166

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	4.2133	20.95502	4	0.04000	5	18	
2	5.0600	17.45031	6	0.12000	7	70	
3	5.9266	14.90049	6	0.21330	8	128	
4	6.7300	13.12342	6	0.20000	8	75	
5	7.1000	12.44034	4	0.20000	5	70	
6	7.5650	11.67667	12	0.31000	15	320	
7	8.4266	10.48459	10	0.09330	13	121	
8	9.6491	9.15881	9	0.11170	11	106	
9	10.0800	8.76824	12	0.24000	15	256	
10	10.8400	8.15514	5	0.00000	6	0	
11	11.4116	7.74790	9	0.10330	11	100	
12	11.8020	7.49247	17	0.28400	22	288	
13	12.1800	7.26078	7	0.16000	9	106	
14	12.6780	6.97667	10	0.35600	13	264	
15	13.3091	6.64723	7	0.15170	9	108	
16	13.7400	6.43972	4	0.00000	5	0	
17	14.6300	6.04991	9	0.34000	12	268	
18	15.4325	5.73707	8	0.05500	10	50	
19	15.7916	5.60740	3	0.03670	4	10	
20	16.8733	5.25029	7	0.05330	9	83	
21	17.4825	5.06868	8	0.09500	10	76	
22	18.2033	4.86957	16	0.23330	20	336	
23	18.6200	4.76152	6	0.03000	7	15	
24	19.4033	4.57103	9	0.04670	11	70	
25	19.7650	4.48819	5	0.07000	6	52	
26	20.2540	4.38092	5	0.10800	6	29	
27	21.0675	4.21356	23	0.58500	29	859	
28	22.0273	4.03208	20	0.24130	26	355	
29	22.6550	3.92176	13	0.23000	17	269	
30	23.4950	3.78342	21	0.39000	27	682	
31	23.8600	3.72636	7	0.00000	9	0	
32	23.9960	3.70555	8	0.07200	10	83	
33	24.6600	3.60725	13	0.46000	17	397	
34	25.0400	3.55337	13	0.16000	16	186	
35	25.3734	3.50743	11	0.10110	14	121	
36	25.8400	3.44514	6	0.08000	7	40	
37	26.1733	3.40202	10	0.09330	13	129	
38	26.8896	3.31300	20	0.29270	25	422	
39	27.4380	3.24801	14	0.35600	18	411	
40	28.5091	3.12837	11	0.11170	14	130	
41	28.9583	3.08086	10	0.09670	13	122	
42	29.2000	3.05590	5	0.04000	6	38	
43	29.9700	2.97912	39	0.42660	49	1166	
44	30.4466	2.93356	13	0.13330	17	186	
45	30.8200	2.89887	5	0.00000	6	0	
46	31.2000	2.86442	6	0.00000	7	0	
47	31.8550	2.80700	31	0.45000	40	966	

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	32.5500	2.74864	9	0.08660	11	60
49	33.0730	2.70636	6	0.11400	7	62
50	33.5283	2.67064	9	0.15670	12	131
51	34.4000	2.60493	13	0.24000	17	400
52	35.3533	2.53685	100	0.49330	127	3230
53	35.8200	2.50486	24	0.20800	31	476
54	36.3500	2.46954	18	0.18000	23	329
55	37.2195	2.41382	13	0.11100	16	163
56	37.7066	2.38375	7	0.10670	9	62
57	38.1380	2.35777	10	0.11600	13	120
58	38.5733	2.33216	6	0.10670	8	64
59	39.6966	2.26872	10	0.12670	13	107
60	40.0400	2.25005	3	0.02660	4	9
61	40.4266	2.22942	5	0.10670	6	73
62	41.2233	2.18815	13	0.27330	16	243
63	42.0150	2.14873	7	0.09000	9	84
64	42.7000	2.11584	6	0.00000	7	0
65	43.1000	2.09712	23	0.44000	29	739
66	43.8840	2.06146	12	0.12800	15	127
67	44.2033	2.04730	6	0.15330	8	72
68	44.7233	2.02470	15	0.15330	19	195
69	45.2560	2.00210	9	0.08800	11	62
70	45.6800	1.98450	6	0.16000	8	96
71	46.3166	1.95869	11	0.12670	14	104
72	46.7893	1.94000	6	0.12140	8	62
73	47.3309	1.91905	14	0.16470	18	199
74	48.3075	1.88252	11	0.25500	14	325
75	48.7400	1.86682	9	0.16000	12	136
76	49.1000	1.85397	13	0.20000	17	221
77	49.7833	1.83011	16	0.28670	20	318
78	50.2200	1.81521	17	0.37600	21	447
79	50.7036	1.79903	20	0.16070	25	262
80	51.1891	1.78310	20	0.17170	25	379
81	51.6700	1.76128	14	0.22000	18	290
82	52.3510	1.74623	21	0.19800	27	310
83	52.8685	1.73035	17	0.13710	21	178
84	53.4835	1.71189	21	0.38710	27	664
85	54.1500	1.69239	5	0.06000	6	32
86	55.0125	1.66787	9	0.32500	11	224
87	55.8603	1.64455	20	0.20730	26	293
88	56.4030	1.63001	22	0.21400	28	309
89	56.9975	1.61441	36	0.52500	46	1171
90	57.6100	1.59870	16	0.18000	20	205
91	58.7633	1.57004	5	0.04670	6	27
92	59.2633	1.55798	9	0.15330	12	147
93	59.6200	1.54951	5	0.00000	6	0
94	60.1966	1.53604	11	0.04670	14	87
95	60.9981	1.51776	20	0.20960	26	312
96	61.3913	1.50898	16	0.16930	20	168
97	61.8950	1.49790	17	0.19000	21	216
98	62.3800	1.48742	29	0.35000	37	539
99	62.6600	1.48144	42	0.48000	53	1014
100	63.1200	1.47175	18	0.09340	23	149
101	63.3725	1.46649	9	0.08500	12	78
102	63.9460	1.45471	10	0.21200	13	181
103	64.7275	1.43903	6	0.09500	8	42
104	65.0916	1.43185	9	0.31670	11	216
105	65.4433	1.42501	9	0.08670	11	55
106	65.8740	1.41673	13	0.14800	16	122
107	66.3440	1.40783	15	0.20800	19	295
108	66.9850	1.39591	6	0.05000	7	37
109	67.4000	1.38832	9	0.24000	11	128

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
110	67.6900	1.38307	9	0.26000	11	130
111	68.2750	1.37264	12	0.23000	15	194
112	68.9375	1.36106	14	0.25500	18	281
113	69.5658	1.35029	14	0.25830	18	212
114	70.0300	1.34248	3	0.14000	4	27
115	70.4513	1.33548	13	0.24930	16	200
116	71.1933	1.32337	10	0.10670	13	103
117	71.7575	1.31434	14	0.24500	18	254
118	72.3400	1.30519	4	0.12000	5	57
119	72.7658	1.29860	7	0.08170	9	62
120	73.0983	1.29351	7	0.13670	9	61
121	73.6675	1.28491	6	0.05500	7	32
122	74.0980	1.27851	15	0.35600	19	349
123	74.4740	1.27298	11	0.13200	14	87
124	74.9475	1.26611	15	0.18500	19	188
125	75.4520	1.25889	6	0.06400	7	36
126	75.9062	1.25249	8	0.06750	10	34
127	76.4383	1.24509	17	0.22330	22	229
128	76.9140	1.23857	20	0.25200	26	336
129	77.4983	1.23068	12	0.18060	15	127
130	77.9625	1.22451	6	0.07500	7	38
131	78.3533	1.21938	12	0.29330	15	197
132	78.8976	1.21233	24	0.29810	30	436
133	79.2941	1.20726	17	0.24170	22	264
134	80.0000	1.19837	24	0.24000	30	230



## Lampiran 7. Perhitungan ukuran kristal berdasarkan XRD dengan metode

### Debye-Scherrer

Untuk menghitung ukuran kristal menggunakan rumus

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta}$$

$$\beta = FWHM \text{ (rad)} = FWHM \times 0,01745$$

$$\theta \text{ (rad)} = \theta \times 0,01745$$

D= ukuran kristal (nm)

k= faktor bentuk

$\lambda$ = panjang gelombang sinar X yang digunakan pada waktu pengukuran (nm)

$\beta$ = lebar setengah puncak pada difraktogram (radian)

$\theta$ = sudut Bragg (radian)

No peak 52 :  $2\theta = 35,3533$

No peak 99 :  $2\theta = 62,6600$

No peak 43 :  $2\theta = 29,9700$

Menggunakan rumus diatas untuk menentukan ukuran kristal magnetit :

k	$\lambda$	FWHM	FWHM (rad)	$2\theta$	$\theta$ (rad)	Cos $\theta$	D
0,94	0,15406	0,4933	0,008608085	35,3533	0,308458	0,952803	17,65664
0,94	0,15406	0,48	0,008376	62,66	0,546709	0,85424	20,23956
0,94	0,15406	0,4266	0,00744417	29,97	0,261488	0,966006	20,13824

ukuran kristal magnetit=

$$\frac{D \text{ peak no 52} + D \text{ peak no 99} + D \text{ peak no 43}}{3} = \frac{17,65664 + 20,23956 + 20,13824}{3} = 19,34481 \text{ nm}$$

## Lampiran 8. Hasil analisis BET

Quantachrome NovaWin Data Acquisition and Reduction  
for NOVA Instruments  
©1994-22007, Quantachrome Instruments  
version 10.01



### Analysis

Operator: NOVAUN  
SampleID: Amanda  
Sample Desc: Sampel A  
Sample weight: 0.1252g  
Outgas Time: 3.0hrs  
Analysis gas: Nitrogen  
Press. Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)  
Analysis Time: 264.7min  
CellID: 92

Date: 2015/05/11

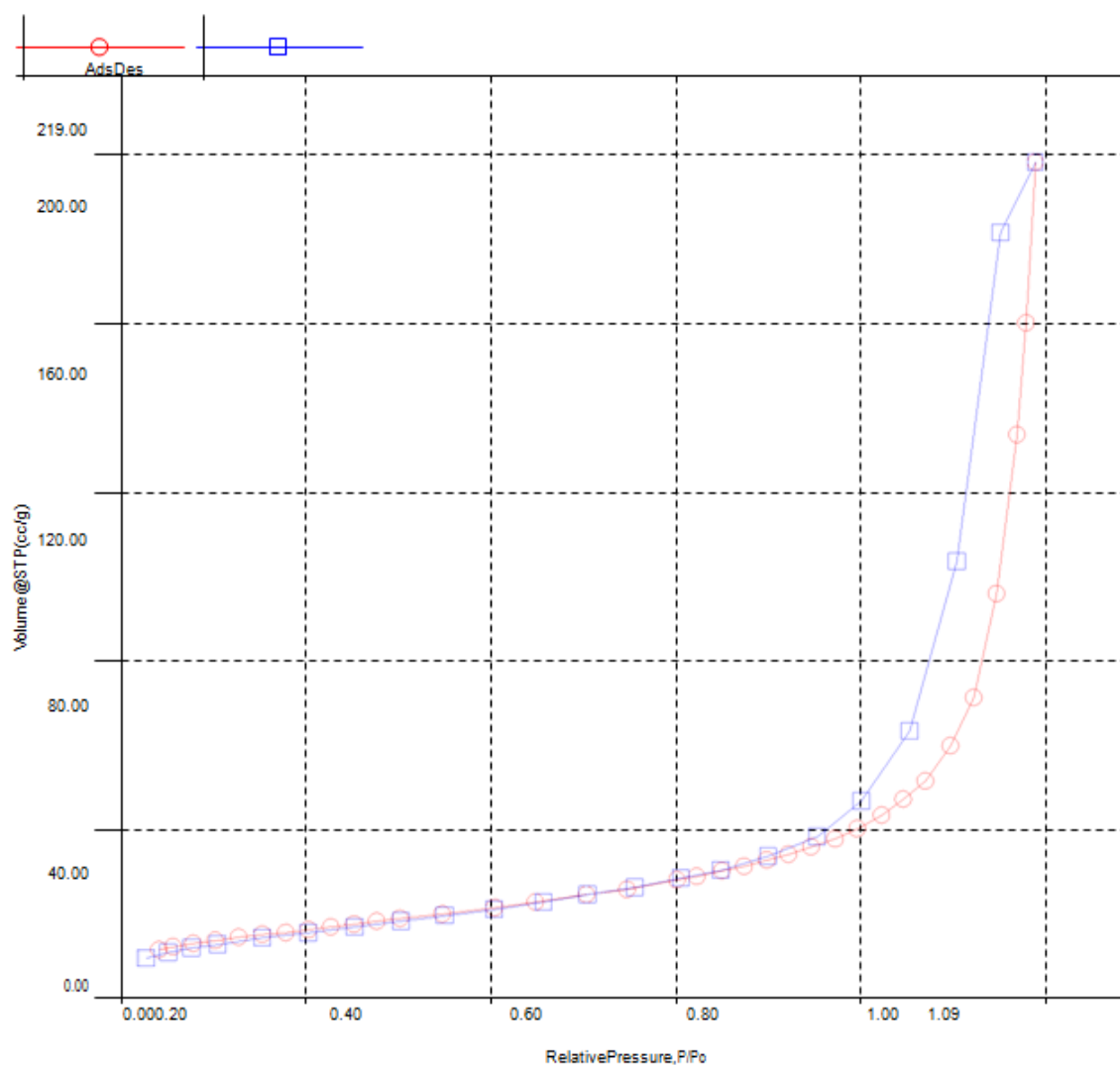
Filename:  
Comment:  
Sample Volume: 0cc  
Outgas Temp: 280.0C  
Bath Temp: 77.3K  
EquiTime: 60/60sec(ads/des)  
End of run: 2015/05/11 17:33:26

### Report

Operator: NOVAUN  
Date: 5/12/2015  
C:\QC\data\Physisorb\11052015\Sampel A.qps

EquiTimeOut: 120/120sec(ads/des)  
Instrument: NovaStationA

### Isotherm\*Linear



<b>Analysis</b>	<b>Date:</b> 2015/05/11	<b>Report</b>	<b>Date:</b> 5/12/2015
Operator: NOVA UNS	Filename:	Operator: NOVA UNS	
SampleID: Amanda	Comment:	C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sampel	A.qps
SampleDesc: SampelA	SampleVolume:	0cc	
Sampleweight: 0.1252g	OutgasTemp:	280.0C	
OutgasTime: 3.0hrs	BathTemp:	77.3K	
Analysisgas: Nitrogen	Equitime:	60/60sec(ads/des)	<b>Equitimeout:</b> 120/120sec(ads/des)
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)	Endofrun:	2015/05/11 17:33:26	<b>Instrument:</b> NovaStationA
AnalysisTime: 264.7min			
CellID: 92			

### Multi-PointBET

#### DataReductionParametersData

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	<b>Temperature</b>	77.350K	<b>LiquidDensity:</b>	0.808g/cc
	Molec.Wt.:28.013g	<b>CrossSection:</b>	16.200Å <sup>2</sup>		

#### Multi-PointBETData

RelativePressure	Volume@STP	1/[W((Po/P)-1)]	RelativePressure	Volume@STP	1/[W((Po/P)-1)]
[P/Po]	[cc/g]		[P/Po]	[cc/g]	
3.70770e-02	10.8354	2.8433e+00	1.99771e-01	15.7169	1.2709e+01
5.25370e-02	11.5511	3.8409e+00	2.24531e-01	16.3306	1.4186e+01
7.46470e-02	12.3478	5.2271e+00	2.49453e-01	16.9553	1.5684e+01
9.90840e-02	13.0931	6.7209e+00	2.74214e-01	17.6087	1.7167e+01
1.24224e-01	13.8033	8.2221e+00	2.99030e-01	18.2536	1.8699e+01
1.49392e-01	14.4641	9.7153e+00	3.44973e-01	19.4430	2.1673e+01
1.74595e-01	15.0988	1.1209e+01			

#### BETsummary

**Slope=** 60.463  
**Intercept=** 6.630e-01  
**Correlationcoefficient,r=** 0.999939  
**C constant=** 92.196  
**SurfaceArea=** 56.973m<sup>2</sup>/g

<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: NOVAUNS	Date: 2015/05/11	Operator: NOVAUNS	Date: 5/12/2015
SampleID: Amanda	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sampel A.qps	
SampleDesc: SampelA	Comment:		
Sampleweight: 0.1252g	SampleVolume: 0cc		
OutgasTime: 3.0hrs	OutgasTemp: 280.0C		
Analysisgas: Nitrogen	BathTemp: 77.3K		
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)	EquilTime: 60/60sec(ads/des)	EquilTimeOut: 120/120sec(ads/des)	
AnalysisTime: 264.7min	Endofrun: 2015/05/1117:33:26	Instrument: NovaStationA	
CellID: 92			

### SinglePointSurfaceArea

#### DataReductionParametersData

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	
	Molec.Wt.: 28.013g	CrossSection:	16.200Å <sup>2</sup>	LiquidDensity: 0.808g/cc

#### SinglePointSurfaceAreaData

RelativePressure	Volume@STP	1/[W((P/Po) - 1)]	Slope	Surf.Area
[P/Po]	[cc/g]			[m <sup>2</sup> /g]
2.99030e-01	18.2536	1.8699e+01	62.5319	55.6919
3.44973e-01	19.4430	2.1673e+01	62.8245	55.4325

<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: NOVAUN5	Date: 2015/05/11	Operator: NOVAUN5	Date: 5/12/2015
SampleID: Amanda	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\11052015\Sample A.qps	
SampleDesc: SampelA	Comment:		
Sampleweight: 0.1252g	SampleVolume: 0cc		
OutgasTime: 3.0hrs	OutgasTemp: 280.0C		
Analysisgas: Nitrogen	BathTemp: 77.3K		
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)	EquilTime: 60/60sec(ads/des)	EquilTimeOut: 120/120sec(ads/des)	
AnalysisTime: 264.7min	Endofrun: 2015/05/11 17:33:26	Instrument: NovaStationA	
CellID: 92			

### Area-Volume Summary

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	<b>Temperature</b>	77.350K	<b>Liquid Density:</b>	0.808g/cc
	Molec.Wt.: 28.013g	<b>Cross Section:</b>	16.200Å <sup>2</sup>		

#### Surface Area Data

MultiPoint BET.....	5.697e+01 m <sup>2</sup> /g
Langmuir surface area.....	9.273e+01 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	4.494e+01 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative desorption surface area.....	6.185e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	4.535e+01 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative desorption surface area.....	6.264e+01 m <sup>2</sup> /g
t-method external surface area.....	5.697e+01 m <sup>2</sup> /g
DR method micropore area.....	7.266e+01 m <sup>2</sup> /g

#### Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Radius less than 992.10 Å at P/Po = 0.990241.....	3.076e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	2.993e-01 cc/g
BJH method cumulative desorption pore volume.....	3.095e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	2.899e-01 cc/g
DH method cumulative desorption pore volume.....	3.027e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	2.582e-02 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	2.249e-02 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	2.306e-02 cc/g

#### Pore Size Data

Average pore Radius.....	1.080e+02 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.701e+01 Å
BJH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	8.951e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.701e+01 Å
DH method desorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	8.951e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	1.617e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	9.000e+00 Å
HK method pore Radius (Mode).....	1.838e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

### Analysis

Operator: NOVAUNS  
SampleID: Amanda  
SampleDesc: SampleA  
Sampleweight: 0.1252g  
OutgasTime: 3.0hrs  
Analysisgas: Nitrogen  
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)  
AnalysisTime: 264.7min  
CellID: 92

Date: 2015/05/11

Filename:

Comment:

SampleVolume: 0cc

OutgasTemp: 280.0C

BathTemp: 77.3K

EquilTime: 60/60sec(ads/des)

Endofrun: 2015/05/11 17:33:26

### Report

Operator: NOVAUNS

Filename: C:\QC\data\Physisorb\11052015\Sample A.qps

Date: 5/12/2015

EquilTimeout: 120/120sec(ads/des)

Instrument: NovaStationA

## Total Pore Volume

### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808g/cc
	Molec.Wt.: 28.013g	Cross Section:	16.200Å <sup>2</sup>		

### Total Pore Volume Summary

#### Total Pore Volume

Total pore volume = 3.076e-01 cc/g for  
pores smaller than 992.1 Å (Radius)  
at R/R<sub>0</sub> = 0.99024

<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: NOVA UNS	Date: 2015/05/11	Operator: NOVA UNS	Date: 5/12/2015
SampleID: Amanda	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\11052015\Sample	A.qps
SampleDesc: SampleA	Comment:		
Sampleweight: 0.1252g	SampleVolume: 0cc		
OutgasTime: 3.0hrs	OutgasTemp: 280.0C		
Analysisgas: Nitrogen	BathTemp: 77.3K		
Press.Tolerance: 0.050/0.050(ads/des)	EquilTime: 60/60sec(ads/des)	EquilTimeOut: 120/120sec(ads/des)	
AnalysisTime: 264.7min	Endofrun: 2015/05/11 17:33:26	Instrument: NovaStationA	
CellID: 92			

### Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec.Wt.: 28.013g	Cross Section:	16.200Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808g/cc

### Average Pore Size summary

Average pore Radius = 1.07969e+02Å

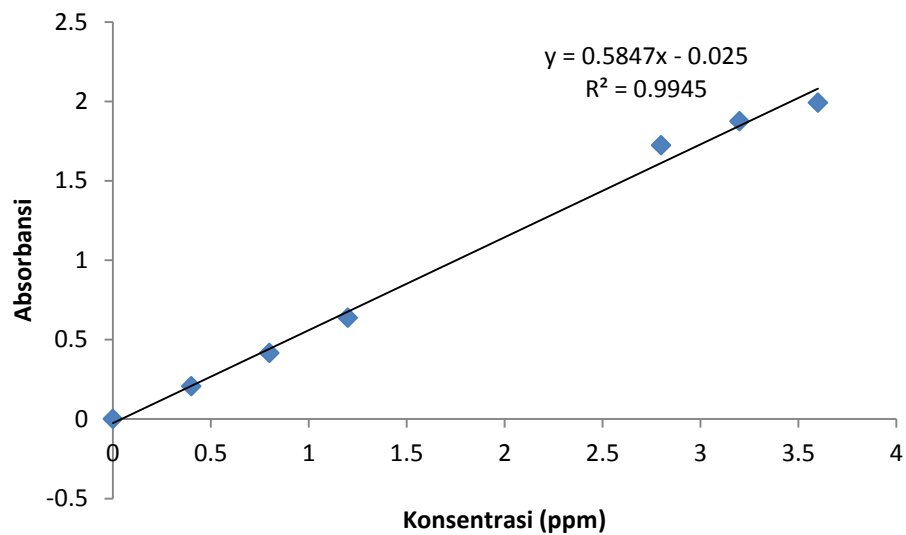


## Lampiran 9. Optimasi pH

a. Data absorbansi larutan standar LAS untuk optimasi pH

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0,4	0,205
0,8	0,4143
1,2	0,636
2,8	1,723
3,2	1,873
3,6	1,9904

Kurva kalibrasi untuk optimasi pH



Dari kurva kalibrasi untuk optimasi pH larutan LAS diperoleh persamaan  $y =$

$$0,584x - 0,025$$

pH 4,07

Absorbansi awal = 1,4009

Absorbansi akhir = 1,1500

$$y = 0,584x - 0,025$$

$$y = 0,584x - 0,025$$

$$1,4009 + 0,025 = 0,584x$$

$$1,1500 + 0,025 = 0,584x$$

$$x = \frac{1,4259}{0,584}$$

$$x = \frac{1,1750}{0,584}$$

$$x = 2,4416$$

$$x = 2,0119$$

[LAS] awal = 2,4416 ppm

[LAS] akhir = 2,0119 ppm

$$[\text{LAS}]_{\text{teradsorp}} = [\text{LAS}]_{\text{awal}} - [\text{LAS}]_{\text{akhir}} = 2,4416 - 2,0119 = 0,4297$$

$$q_e = \frac{[\text{LAS}]_{\text{teradsorp}} (\text{mg/L})}{\text{massa (gram)}} \times V (\text{L}) = \frac{0,4297}{0,01} \times 0,02 = 0,8594 \text{ mg/g}$$

$$\% \text{ Adsorpsi} = \frac{q_e}{[\text{LAS}]_{\text{awal}}} \times 100 = \frac{0,8594}{2,4416} \times 100 = 35,19\%$$

Untuk perhitungan pH selanjutnya sama seperti di atas.

- b. Data perhitungan penentuan pH optimum adsorpsi LAS menggunakan magnetit (volume 20 ml, massa magnetit 0,01 gram, [LAS] awal 2 ppm, waktu kontak 30 menit)

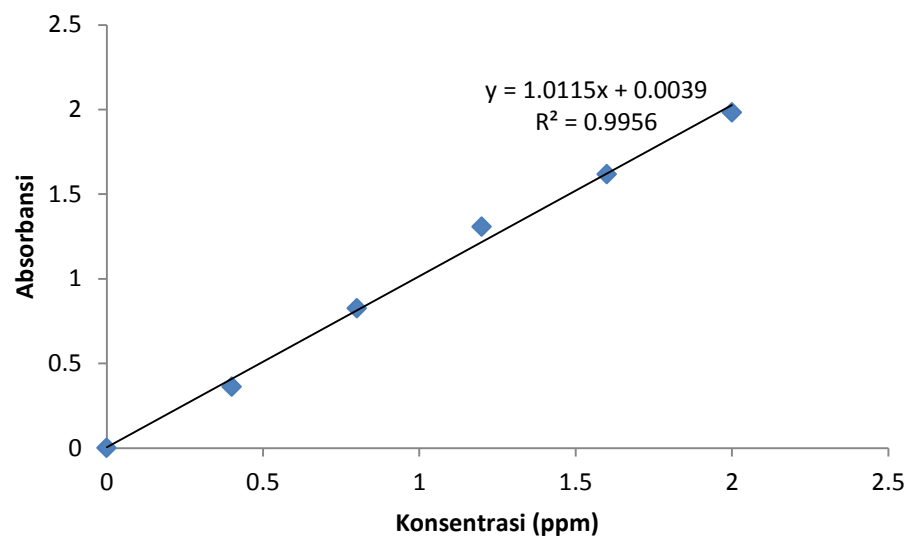
pH	A [LAS] Awal	A [LAS] Akhir	[LAS] Awal (ppm)	[LAS] Akhir (ppm)	[LAS] Teradsorp (ppm)	Jumlah LAS teradsorpsi (mg/g)	% R
4,07	1,4009	1,1500	2,4416	2,0119	0,4297	0,8594	35,19
<b>6,07</b>	<b>1,7716</b>	<b>0,9301</b>	<b>3,0763</b>	<b>1,6354</b>	<b>1,4409</b>	<b>2,8818</b>	<b>93,67</b>
7	1,4003	1,0833	2,4405	1,8977	0,5428	1,0856	44,48
9,02	1,4104	1,2670	2,4578	2,2123	0,2455	0,4910	19,97

## Lampiran 10. Optimasi waktu

a. Data absorbansi larutan standar LAS untuk optimasi waktu kontak

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0,4	0,3612
0,8	0,8243
1,2	1,3076
1,6	1,6173
2	1,9818

Kurva kalibrasi untuk optimasi waktu kontak



Dari kurva kalibrasi untuk optimasi waktu kontak larutan LAS diperoleh

persamaan  $y = 1,011x + 0,003$

Waktu kontak 10 menit

Absorbansi awal = 1,7669

Absorbansi akhir = 1,7230

$$y = 1,011x + 0,003$$

$$y = 1,011x + 0,003$$

$$1,7669 - 0,003 = 1,011x$$

$$1,7230 - 0,003 = 1,011x$$

$$x = \frac{1,7639}{1,011}$$

$$x = \frac{1,72}{1,011}$$

$$x = 1,7448$$

$$x = 1,7012$$

[LAS] awal = 1,7448 ppm

[LAS] akhir = 1,7012 ppm

$$[\text{LAS}]_{\text{teradsorp}} = [\text{LAS}]_{\text{awal}} - [\text{LAS}]_{\text{akhir}} = 1,7448 - 1,7012 = 0,0436$$

$$q_e = \frac{[\text{LAS}]_{\text{teradsorp}} (\text{mg/L})}{\text{massa (gram)}} \times V (L) = \frac{0,0436}{0,0109} \times 0,02 = 0,0854 \text{ mg/g}$$

Untuk perhitungan waktu kontak selanjutnya sama seperti di atas.

b. Data perhitungan penentuan waktu kontak optimum adsorpsi LAS

menggunakan magnetit pada pH optimum (volume 20 ml, massa magnetit

0,01 gram, [LAS] awal 2 ppm)

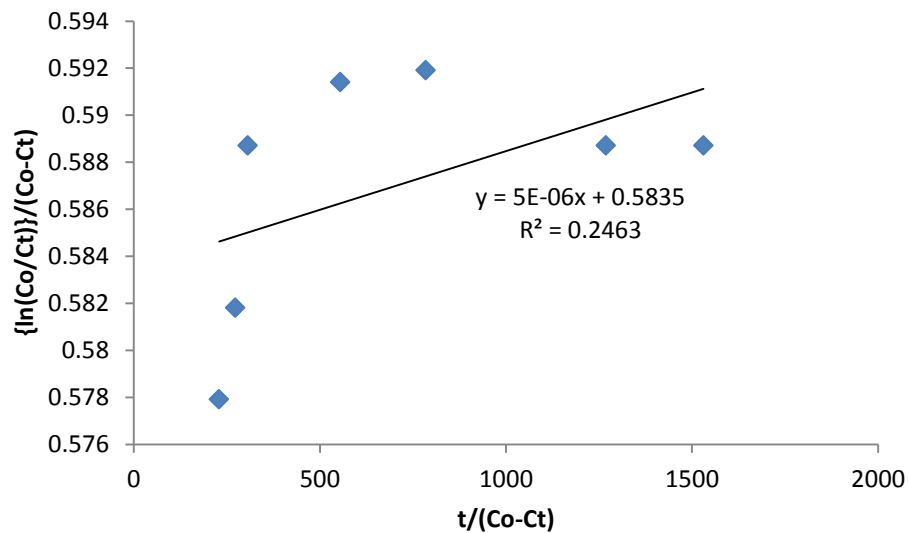
Waktu (menit)	Gram Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (gram)	A [LAS] Awal	A [LAS] Akhir	[LAS] Awal (ppm)	[LAS] Akhir (ppm)	[LAS] Teradsorp (ppm)	Jumlah LAS teradsorpsi (mg/g)
0	0	0	0	0	0	0	0
10	0,0102	1,7687	1,7230	1,7448	1,7012	0,0436	0,0854
15	0,0109	1,7687	1,7114	1,7448	1,6898	0,055	0,1009
30	0,0103	1,7687	1,6680	1,7448	1,6468	0,098	0,1902
<b>60</b>	<b>0,0109</b>	<b>1,7687</b>	<b>1,6577</b>	<b>1,7448</b>	<b>1,6366</b>	<b>0,1082</b>	<b>0,1985</b>
90	0,0105	1,7687	1,6511	1,7448	1,6301	0,1147	0,2184
120	0,0109	1,7687	1,6714	1,7448	1,6502	0,0946	0,1735
150	0,0100	1,7687	1,6680	1,7448	1,6468	0,098	0,196

## c. Kinetika Langmuir Hinshelwood

Data perhitungan kinetika Langmuir Hinshelwood

Waktu	Co	Ct	Co-Ct	t/(Co-Ct)	Co/Ct	ln (Co/Ct)	{ln (Co/Ct)}/(Co-Ct)
10	1,7448	1,7012	0,0436	229,3577	1,0256	0,0252	0,5779
15	1,7448	1,6898	0,055	272,7272	1,0326	0,0320	0,5818
30	1,7448	1,6468	0,098	306,1224	1,0595	0,0577	0,5887
60	1,7448	1,6366	0,1082	554,5286	1,0661	0,064	0,5914
90	1,7448	1,6301	0,1147	784,6556	1,0703	0,0679	0,5919
120	1,7448	1,6502	0,0946	1268,4989	1,0573	0,0557	0,5887
150	1,7448	1,6468	0,098	1530,6122	1,0595	0,0577	0,5887

## Kurva kinetika Langmuir Hinshelwood



$$R^2 = 0,246$$

$$k_1 (\text{menit}^{-1}) = \text{slope} = 5 \times 10^{-6}$$

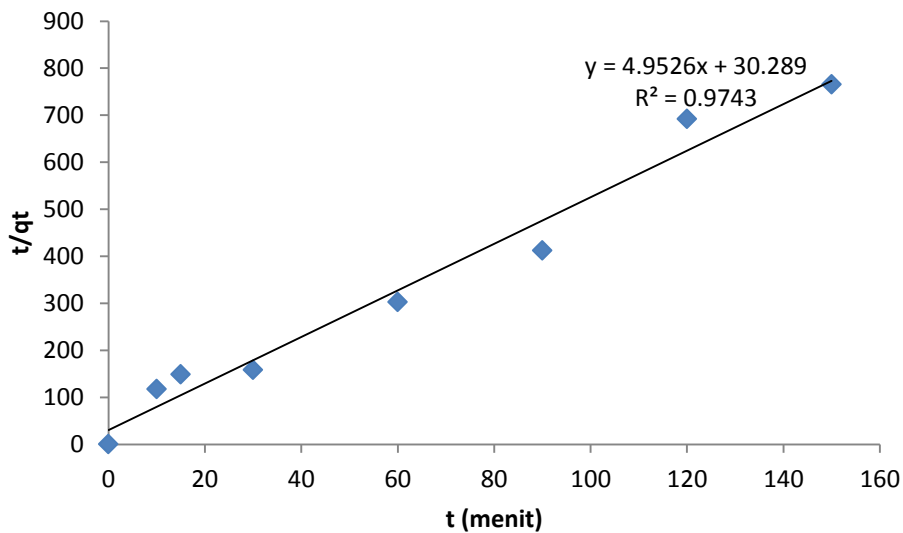
$$k_0 (\text{L/mol}) = \text{intersept} = 0,583$$

## d.Kinetika Ho

Data perhitungan kinetika Ho

Waktu (menit)	Ci (mg/L)	Ct (mg/L)	Ci-Ct (mg/L)	qt (mg/g)	t/qt
0	0	0	0	0	0
10	1,7448	1,7012	0,0436	0,0854	117,096
15	1,7448	1,6898	0,055	0,1009	148,662
30	1,7448	1,6468	0,098	0,1902	157,7287
60	1,7448	1,6366	0,1082	0,1985	302,267
90	1,7448	1,6301	0,1147	0,2184	412,0879
120	1,7448	1,6502	0,0946	0,1735	691,6426
150	1,7448	1,6468	0,098	0,196	765,3061

## Kurva Kinetika Ho



Persamaan model kinetika Ho :  $t/qt = 1/h + t/q_e$

Berdasarkan persamaan, pembacaan grafik adalah :

$$R^2 = 0,974$$

$$\text{Slope} = \frac{1}{q_e} = 4,952, \text{ maka } q_e = 0,2019 \text{ mg/g}$$

$$\text{Intersept} = \frac{1}{h} = 30,28, \text{ maka } h = 0,033 \text{ mg/g menit}$$

$$h = kq_e^2, \text{ maka } k = 0,8095 \text{ g/mg menit}$$

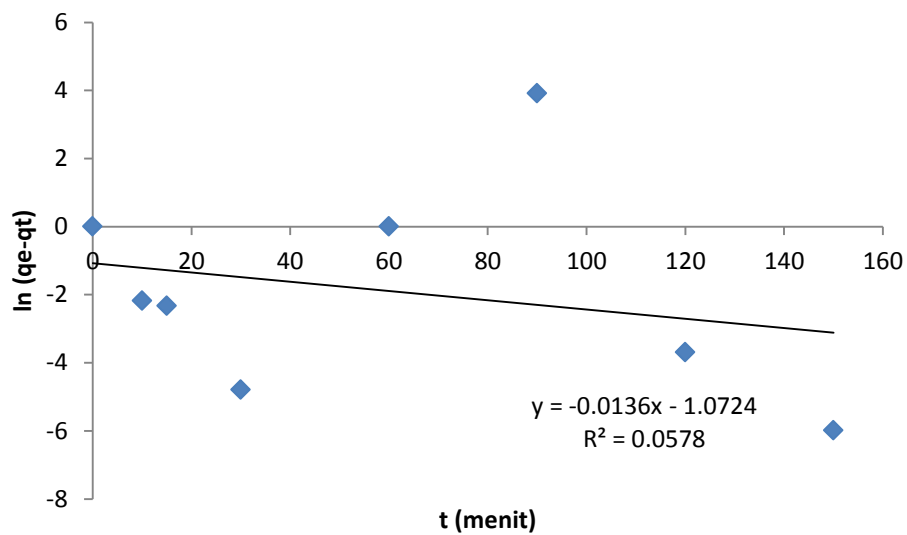


## e.Kinetika Lagergren

Data perhitungan kinetika Lagergren

Waktu	qe	qt	qe-qt	ln (qe-qt)
0	0	0	0	#NUM!
10	0,1985	0,0854	0,1131	-2,1794
15	0,1985	0,1009	0,0976	-2,3268
30	0,1985	0,1902	0,0083	-4,7914
60	0,1985	0,1985	0	0
90	0,1985	0,2184	-0,0199	3,917
120	0,1985	0,1735	0,025	-3,6888
150	0,1985	0,196	0,0025	-5,9914

## Kurva kinetika Lagergren



$$R^2 = 0,057$$

$$k_1(\text{menit}^{-1}) = \text{slope} = -0,013$$

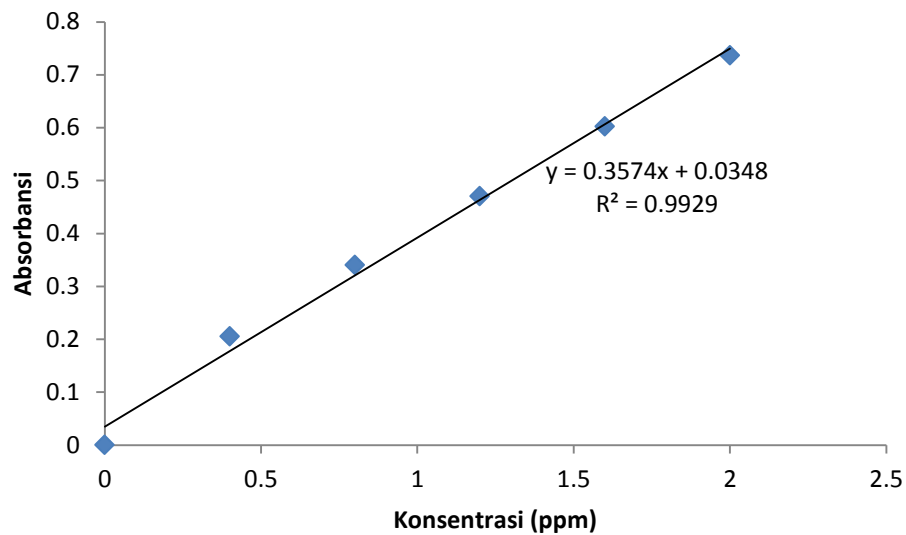
$$q_e (\text{mg/g}) = \text{intersep} = -1,072$$

### Lampiran 11. Optimasi konsentrasi

a. Data absorbansi larutan standar LAS untuk optimasi konsentrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
0,4	0,205
0,8	0,34
1,2	0,47
1,6	0,6022
2	0,7365

Kurva kalibrasi untuk optimasi konsentrasi



Dari kurva kalibrasi untuk optimasi larutan LAS diperoleh persamaan  $y = 0,357x + 0,034$

Konsentrasi 0,5 ppm

Absorbansi awal = 0,2380

Absorbansi akhir = 0,2238

$$y = 0,357x + 0,034$$

$$y = 0,357x + 0,034$$

$$0,2380 - 0,034 = 0,357x$$

$$0,2238 - 0,034 = 0,357x$$

$$x = \frac{0,204}{0,357}$$

$$x = \frac{0,1898}{0,357}$$

$$x = 0,5714$$

$$x = 0,5316$$

[LAS] awal = 0,5714 ppm

[LAS] akhir = 0,5316 ppm

[LAS] teradsorp = [LAS] awal - [LAS] akhir = 0,5714 - 0,5316 = 0,0398

$$q_e = \frac{[LAS]_{\text{teradsorp}}(mg/L)}{\text{massa (gram)}} \times V(L) = \frac{0,0398}{0,0100} \times 0,02 = 0,0796 \text{ mg/g}$$

Untuk perhitungan konsentrasi selanjutnya sama seperti di atas.

- b. Data optimasi konsentrasi adsorpsi LAS menggunakan magnetit pada pH optimum dan waktu kontak optimum (volume 20 ml, massa magnetit 0,01 gram)

Konsentrasi (ppm)	Massa (gram)	Suhu awal (°C)	Suhu akhir	A awal	A akhir	[LAS] awal (ppm)	[LAS] akhir (ppm)	[LAS] teradsorpsi (ppm)	Jumlah LAS teradsorpsi (mg/g)
0	0	27	27	0	0	0	0	0	0
0,5	0,01	27	27	0,2380	0,2238	0,5714	0,5316	0,0398	0,0796
0,9	0,0105	27	27	0,3514	0,2933	0,8890	0,7263	0,1627	0,3099
1	0,0105	27	27	0,3870	0,2748	0,9887	0,6745	0,3142	0,5984
<b>1,4</b>	<b>0,0105</b>	<b>27</b>	<b>27</b>	<b>0,4846</b>	<b>0,3327</b>	<b>1,2621</b>	<b>0,8366</b>	<b>0,4255</b>	<b>0,8104</b>
1,8	0,0101	27	27	0,6422	0,4950	1,7036	1,2913	0,4123	0,8164
2	0,0105	27	27	0,6981	0,5449	1,8602	1,4310	0,4292	0,8175

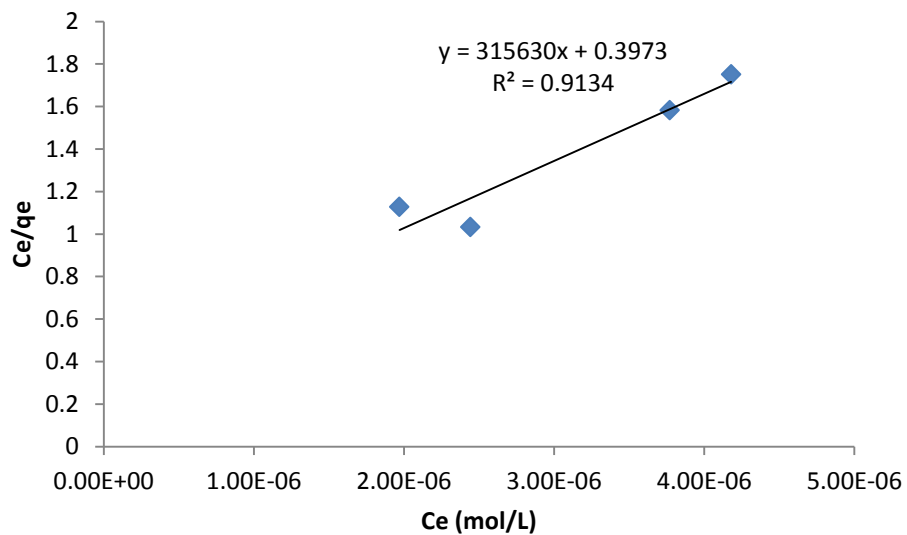
- c. Data  $C_e$  dalam mol/L dan  $q_e$  dalam mol/g

$C_e$ (mol/L)	$q_e$ (mol/g)
0	0
1,5526E-06	2,32477E-07
2,1212E-06	9,05082E-07
1,9699E-06	1,74766E-06
<b>2,4433E-06</b>	<b>2,36682E-06</b>
3,7713E-06	2,38435E-06
4,1793E-06	2,38756E-06

## d. Persamaan isoterm adsorpsi Langmuir

Ce (mg/L)	Ce (mol/L)	qe (mg/g)	qe (mol/g)	ln Ce	ln qe
0	0	0	0	#NUM!	#NUM!
0,5316	1,55257E-06	0,0796	2,3248E-07	-13,3756	-15,2745
0,7263	2,1212E-06	0,3099	9,0508E-07	-13,0635	-13,9152
0,6745	1,96992E-06	0,5984	1,7477E-06	-13,1375	-13,2572
0,8366	2,44334E-06	0,8104	2,3668E-06	-12,9221	-12,954
1,2913	3,77132E-06	0,8164	2,3843E-06	-12,4881	-12,9466
1,431	4,17932E-06	0,8175	2,3876E-06	-12,3854	-12,9452

Ce (mol/L)	Ce/qe (g/L)
1,9699E-06	1,12717246
2,4433E-06	1,032329714
3,7713E-06	1,581700147
4,1793E-06	1,750458716



Gambar 3. Isoterm Langmuir

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max}K_L} + \frac{1}{q_{max}}C_e$$

Berdasarkan persamaan, pembacaan grafik adalah

$$R^2 = 0,913$$

$$\text{slope} = \frac{1}{q_{max}} = 31562, \text{ maka } q_{max} = 3,16837\text{E-}05 \text{ mol/g}$$

$$q_e = \frac{q_{max}}{10^{-3}} \times 342,4 = 10,8484 \text{ mg/g}$$

$$\text{intersep} = \frac{1}{q_{max}K_L} = 0,397, \text{ maka } K_L = 79501,25945 \text{ L/mg}$$

$$E = RT \ln K$$

$$= 8,314 \text{ JK}^{-1} \times (27+273) \times \ln 79501,25945$$

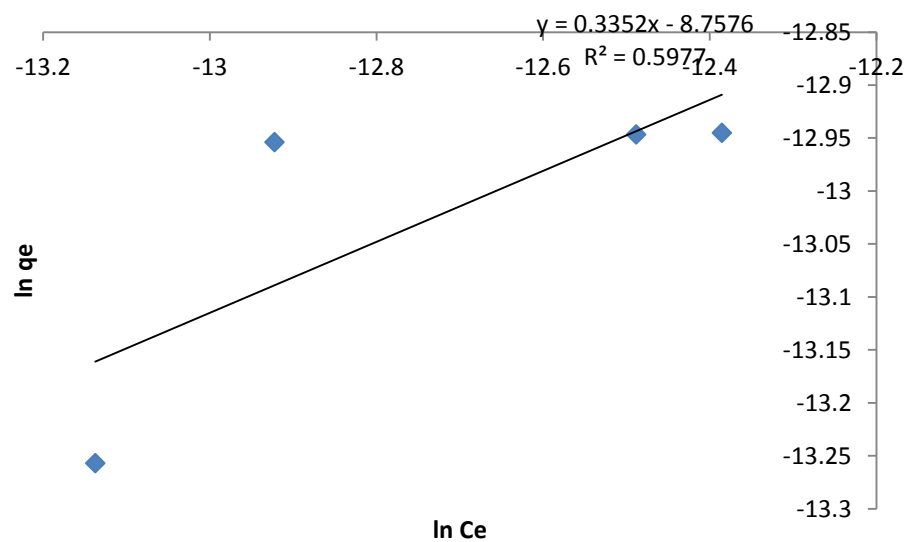
$$= 8,314 \times 300 \text{ K} \times 11,28353$$

$$= 28143,38 \text{ Jmol}^{-1}$$

$$= 28,14338 \text{ kJ mol}^{-1}$$

## e. Persamaan isoterm adsorpsi Freundlich

ln Ce	ln qe
-13,1375	-13,2572
-12,9221	-12,954
-12,4881	-12,9466
-12,3854	-12,9452



Gambar 4. Isoterm Freundlich

$$\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e$$

Berdasarkan persamaan, pembacaan grafik adalah :

$$R^2 = 0,597$$

$$\text{Slope} = \frac{1}{n} = 0,335, n = 2,985$$

$$\text{Intersep} = \ln K_f = -8,757, \text{ maka } K_F = 1,5735 \times 10^{-4} \text{ mg/g}$$

### Lampiran11. Foto Penelitian



Gambar 1. Titrasi dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  3,5 M sambil di stirer dengan kecepatan 500 rpm pada suhu  $55^\circ\text{C}$



Gambar 2. pH telah mencapai 11



Gambar 3. Penyaringan dan dicuci dengan aquademin sampai pH netral





Gambar 4. Bahan metylen blue, larutan pencuci dan kloroform



Gambar 5. pH meter



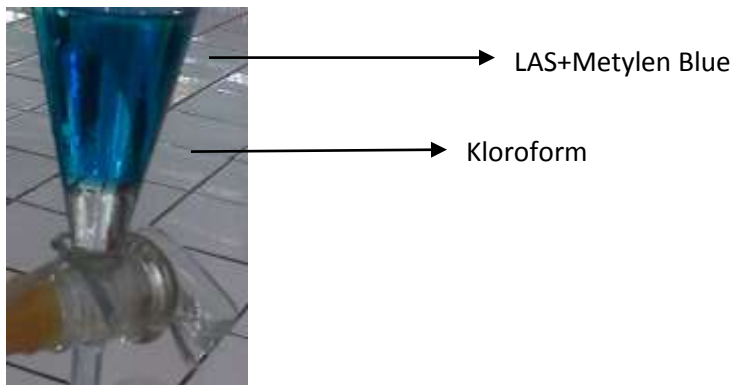
Gambar 6. Persiapan larutan LAS



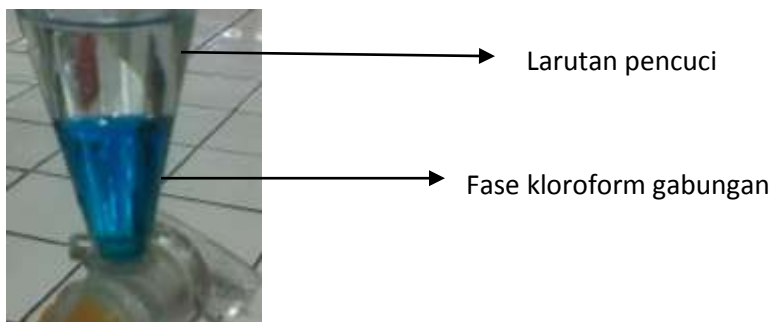
Gambar 7. LAS+ magnetit di shaker



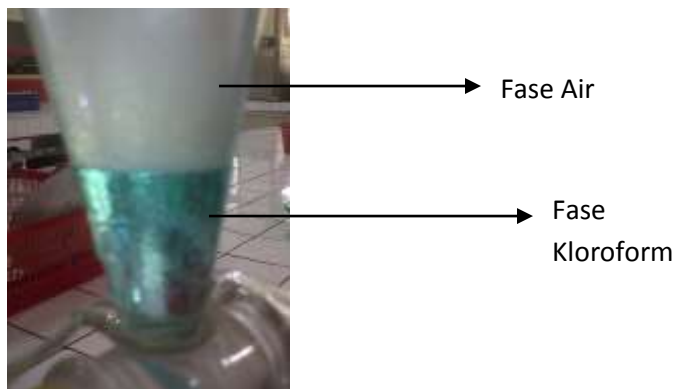
Gambar 8. Larutan LAS optimasi konsentrasi setelah di shaker



Gambar 9. 20 mL LAS + 5 mL Metylen blue + 2 mL kloroform



Gambar 10. Larutan pencuci + fase kloroform campuran



Gambar 11. Larutan LAS setelah di ekstraksi 6 kali



Gambar 12. Larutan standar LAS setelah di ekstraksi



Gambar 13. Larutan LAS optimasi pH setelah di ekstraksi